

第一章 有机化学实验的准备知识

有机化学实验教学的目的是任务：使学生掌握有机化学实验的根本操作技术，培养学生能以小量规模正确地进行制备实验和性质实验、别离和鉴定制备的产品的能力；了解红外光谱等仪器的使用；培养能写出合格的实验报告、初步会查阅文献的能力；培养良好的实验工作方法和习惯，以及实事求是和严谨的科学态度。为此，我们首先介绍有机化学实验的一般知识，学生在进行有机化学实验之前，应当认真学习和领会这局部内容。

第一节 有机化学实验室规那么

为了保证有机化学实验正常进行，培养良好的实验方法，并保证实验室的平安，学生必须严格遵守有机化学实验室的规那么。

1. 切实做好实验前的准备工作。实验前的准备工作，包括预习，找全所需要的器材。至于如何预习见 1—5。如果准备工作做得好，不仅会使实验顺利进行，还可从实验中获得更多的知识。

2. 进入实验室时，应熟悉实验室、灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。严格遵守实验室的平安守那么和每个具体实验操作中的平安考前须知。假设发生意外事故应及时处理并报请老师进一步处理。

3. 实验时应遵守纪律，保持安静。要精神集中，认真操作，细致观察，积极思考，忠实记录，不得擅自离开。

4. 遵从教师的指导，按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。假设要更改，须征求教师同意后，才可改变。

5. 应经常保持实验室的整洁。暂时不用的器材，不要放在桌面上。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃碎片等应分别放在指定的地点，不得乱丢，更不得丢入水槽；废酸和废碱应分别倒入指定的容器中；废溶剂要倒入指定的密封容器中统一处理。

6. 保护公共仪器和工具，应在指定的地点使用，并保持整洁。要节约用水、电、煤气和药品。如有损坏仪器要办理登记换领手续。

7. 实验完毕离开实验室时，应把水、电和煤气开关关闭。值日生应清扫实验室，把废物容器倒净。

第二节 有机化学实验室平安知识

由于有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性的，所用的仪器大局部是玻璃制品，所以，在有机化学实验室中工作，假设粗心大意，就容易发生事故。如割伤、烧伤，乃至火灾、中毒或爆炸等，必须认识到化学实验室是潜在危险的场所。然而，只要我们经常重视平安问题，提高警惕，实验时严格遵守操作规程，加强平安措施，事故是可能防止的。下面介绍实验室的平安守那么和实验室事故的预防和处理。

一、实验室的平安守那么

1. 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确，在征得指导教师同意之后，才可进行实验。

2. 实验进行时，不得离开岗位，要注意反响进行的情况和装置有无漏气和破裂等现象。

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平安措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等，但不能戴隐形眼镜。

4. 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或吃食物。实验结束后要细心洗手。

5. 熟悉平安用具如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善保护。平安用具和急救药品不准移作它用。

二、实验室事故的预防

1. 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的，着火是有机实验室常见的事故之一，应尽可能防止使用明火。防火的根本原那么有以下几点考前须知。

(1)在操作易燃的溶剂时要特别注意：

①应远离火源；

②勿将易燃液体放在敞口容器中(如烧杯)直火加热；

③加热必须在水浴中进行，切勿使容器密闭。否那么，会造成爆辱炸。当附近有露置的易燃溶剂时，切勿点火。

(2)在进行易燃物质试验时，应养成先将酒精一类易燃的物质搬开的习惯。

(3)蒸馏装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因：假设因塞子被腐蚀时，那么待冷却后，才能换掉塞子。接受瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等。而应用窄口容器如三角烧瓶等。从蒸馏装置接受瓶出来的尾气的出口应远离火源，最好用橡皮管引入下水道或室外。

(4)回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意：

①应放数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管，以防止暴沸。假设在加热后才发觉未放这类物质时，绝不能急躁，不能立即揭开瓶塞补放，而应停止加热，待被蒸馏的液体冷却后才能参加。否那么，会因暴沸而发生事故；

②严禁直接加热；

③瓶内液量不能超过瓶容积的 2 / 3；

④加热速度宜慢，不能快，防止局部过热。总之，蒸馏或回流易燃低沸点液体时，一定要谨慎从事，不能粗心大意。

(5)用油浴加热蒸馏或回流时，必须十分注意防止由于冷凝用水溅入热油浴中至使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因，主要是由于橡皮管套进冷凝管上不紧密，开动水阀过快，水流过猛把橡皮管冲出来，或者由于套不紧漏水。所以，要求橡皮管套入侧管时要紧密，开动水阀时也要慢动作，使水流慢慢通入冷凝管内。

(6)当处理大量的可燃性液体时，应在通风橱中或在指定地方进行，室内应无火源。

(7)不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱扔，也不得丢入废物缸中。否那么，会发生危险。

2. 爆炸的预防

在有机化学实验里一般预防爆炸的措施如下：

(1)蒸馏装置必须正确，不能造成密闭体系，应使装置与大气相连通；减压蒸馏时，要用圆底烧瓶作接受器，不可用三角烧瓶。否那么三易发生爆炸。

(2)切勿使易燃易爆的气体接近火源，有机溶剂如醚类和汽油一类的蒸气与空气相混时极为危险，可能会由一个热的外表或者一个火花、电花而引起爆炸。

(3)使用乙醚等醚类时，必须检查有无过氧化物存在，如果发现有过氧化物存在时，应立即用硫酸亚铁除去过氧化物，才能使用，除去乙醚中过氧化物的方法详见附录。同时使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(4)对于易爆炸的固体，如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击，以免引起爆炸，对于这些危险的残渣，必须小心销毁。例如，重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解，重氮化合物可加水煮沸使它分解等等。

(5)卤代烷勿与金属钠接触，因反响剧烈易发生爆炸。钠屑须放于指定的地方。

3. 中毒的预防

(1)剧毒药品应妥善保管，不许乱放，实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发，并向使用毒物者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理，不准乱丢。

(2)有些剧毒物质会渗入皮肤，因此，接触这些物质时必须戴橡皮手套，操作后应立即洗手，切勿让毒品沾及五官或伤口。例如，氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身，严重的会造成中毒死伤事故。

(3)在反响过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行，使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时，实验开始后不要把头部伸入橱内。

4. 触电的预防

使用电器时，应防止人体与电器导电局部直接接触，不能用湿手或用手握湿的物体接触电插头。为了防止触电，装置和设备的金属外壳等都应连接地线，实验后应切断电源，再将连接电源插头拔下。

三、事故的处理和急救

1. 火灾的处理

实验室一旦发生失火，室内全体人员应积极而有秩序地参加灭火，一般采用如下措施：一方面防止火势扩展。立即关闭煤气灯，熄灭其他火源，拉开室内总电闸，搬开易燃物质；另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火，常采用使燃着的物质隔绝空气的方法，通常不能用水。否那么，反而会引起更大火灾。在失火初期，不能用口吹，必须使用灭火器、砂、毛毡等。假设火势小，可用数层湿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)，可盖上石棉板或瓷片等，使之隔绝空气而灭火，绝不能用口吹。

如果油类着火，要用砂或灭火器灭火，也可撒上枯燥的固体碳酸氢钠粉末。

如果电器着火，应切断电源，然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(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灭火，因为水能导电，会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火，切勿奔跑，而应立即往地上打滚，邻近人员可用毛毡或棉胎一类东西盖在其身上，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，采取不同的方法灭火。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，把灭火器的喷出口对准火焰的底部。在抢救过程中切勿犹豫。

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，如有，应先把伤口处的玻璃碎粒取出。假设伤势不重，先进行简单的急救处理，如涂上万花油，再用纱布包扎；假设伤口严重、流血不止时，可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧，减慢流血，压迫止血，并随即到医院就诊。

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% 碳酸氢钠溶液洗涤后，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

对准眼睛冲洗后，即到医院就诊，或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。

衣服上——依次用水、稀氨水和水冲洗。

地板上——撒上石灰粉，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，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% 醋酸溶液洗涤，再用氢氧化铵中和多余的醋酸，后

用水冲洗。

(3)溴灼伤 如溴弄到皮肤上时,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

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

4. 烫伤

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室诊治。

5. 中毒

溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来,用大量水冲洗口腔;如已吞下时,应根据毒物的性质服解毒剂,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。不管酸或碱中毒都需灌注牛奶,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,再服用硫酸铜溶液(约 30g 溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸入喉部催吐后,立即到医院就诊。

(3)吸入气体中毒将中毒者移至室外,解开衣领及钮扣,吸入少量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

四、急救用具

消防器材:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器(弹)、二氧化碳灭火器、砂、石棉布、毛毡、棉胎和淋浴用的水龙头。

急救药箱:碘酒、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、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

第二节 有机化学实验常用仪器和装置

一、有机化学实验常用普通玻璃仪器

图 1—1 是有机化学实验常用的普通玻璃仪器图。在无机化学实验中用过的烧杯、试管等均从略。

二、有机化学实验常用标准接口玻璃仪器

1. 标准接口玻璃仪器

标准接口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于口塞尺寸的标准化、系统化,磨砂密合,凡属于同类规格的接口,均可任意互换,各部件能组装成各种配套仪器。当不同类型规格的部件无法直接组装时,可使用变径接头使之连接起来。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦手续,又能防止反响物或产物被塞子沾污的危险;口塞磨砂性能良好,使密合性可达较高真空度,对蒸馏尤其减压蒸馏有利,对于毒物或挥发性液体的实验较为平安。

标准接口玻璃仪器,均按国际通用的技术标准制造的。当某个部件损坏时,可以选购。

标准接口仪器的每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志,说明规格。

常用的有 10, 12, 14, 16, 19, 24, 29, 34, 40 等。

下面是标准接口玻璃仪器的编号与大端直径:

编号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

有的标准接口玻璃仪器有两个数字,如 10 / 30, 10 表示磨口大端的直径为 10 mm, 30 表示磨口的高度为 30 mm。

2. 标准接口玻璃仪器简介

图 1—2 为有机化学实验制备用的标准接口玻璃仪器图。

3. 使用标准接口玻璃仪器考前须知

(1)标准口塞应经常保持清洁，使用前宜用软布揩拭干净，但不能附上棉絮。

(2)使用前在磨砂口塞外表涂以少量真空油脂或凡士林，以增强磨砂接口的密合性，防止磨面的相互磨损，同时也便于接口的装拆。

(3)装配时，把磨口和磨塞轻微地对旋连接，不宜用力过猛。但不能装得太紧，只要到达润滑密闭要求即可。

(4)用后应立即拆卸洗净。否那么，对接处常会粘牢，以致拆卸困难。

(5)装拆时应注意相对的角度，不能在角度偏差时进行硬性装拆。否那么，极易造成破损。

(6)磨口套管和磨塞应该是由同种玻璃制成的，迫不得已时，才用膨胀系数较大的磨口套管。

三、有机化学实验常用装置

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关系。

首先，在装配一套装置时，所选用的玻璃仪器和配件都要干净的。否那么，往往会影响产物的产量和质量。

其次，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，应选用质量好的，其容积大小，应为所盛反响物占其容积的1/2左右为好，最多也应不超过2/3。

第三，装配时，应首先选好主要仪器的位置，按照一定的顺序逐个地装配起来，先下后上，从左至右。在拆卸时，按相反的顺序逐个的拆卸。

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

铁夹的双钳内侧贴有橡皮或绒布，或缠上石棉绳、布条等。否那么，容易将仪器损坏。

总之，使用玻璃仪器时，最根本的原那么是切忌对玻璃仪器的任何局部施加过度的压力或扭歪，实验装置的马虎不仅看上去使人感觉不舒服，而且也是潜在的危險。因为扭歪的玻璃仪器在加热时会破裂，有时甚至在放置时也会崩裂。

第二节 仪器的洗涤和保养

一、玻璃器皿的洗涤

进行化学实验必须使用清洁的玻璃仪器。

实验要用的玻璃器皿必须立即洗涤，应该养成习惯。由于污垢的性质在当时是清楚的，用适当的方法进行洗涤是容易办到的。假设日子久了，会增加洗涤的困难。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗。刷子是特制的，如瓶刷、烧杯刷、冷凝管刷等，但用腐蚀性洗液时那么不用刷子。洗涤玻璃器皿时不应该用砂子，它会擦伤玻璃乃至龟裂。假设难于洗净时，那么可根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗涤。如果是酸性(或碱性)的污垢用碱性(或酸性)洗液洗涤；有机污垢用碱液或有机溶剂洗涤。下面介绍几种常用洗液：

1. 铬酸洗液

这种碱液氧化性很强，对有机污垢破坏力很强。倾去器皿内的水，慢慢倒入洗液，转动器皿，使洗液充分浸润不干净的器壁，数分钟后把洗液倒回洗液瓶中，用自来水冲洗。假设壁上粘有少量炭化残渣，可参加少量洗液，浸泡一段时间后在小火上加热，直至冒出气泡，炭化残渣可被除去。但当洗液颜色变绿，表示失效应该弃去不能倒回洗液瓶中。

2. 盐酸

用浓盐酸可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

3. 碱液和合成洗涤剂

配成浓溶液即可。用以洗涤油脂和一些有机物(如有机酸)。

4. 有机溶剂洗涤液

当胶状或焦油状的有机污垢如用上述方法不能洗去时, 可选用丙酮、乙醚、苯浸泡, 要加盖以免溶剂挥发, 或用 NaOH 的乙醇溶液亦可。用有机溶剂作洗涤剂, 使用后可回收重复使用。

器皿是否清洁的标志是: 加水倒置, 水顺着器壁流下, 内壁被水均匀润湿有一层既薄又均匀的水膜, 不挂水珠。

二、玻璃仪器的枯燥

有机化学实验经常都要使用枯燥的玻璃仪器, 故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之枯燥的习惯, 以便下次实验时使用。枯燥玻璃仪器的方法有以下几种:

1. 自然风干

自然风干是指把已洗净的仪器在枯燥架上自然风干, 这是常用和简单的方法。但必须注意, 假设玻璃仪器洗得不够干净时, 水珠便不易流下, 枯燥就会较为缓慢。

2. 烘干

把玻璃器皿顺序从上层往下层放入烘箱烘干, 放入烘箱中枯燥的玻璃仪器, 一般要求不带有水珠。器皿口 向上, 带有磨砂口玻璃塞的仪器, 必须取出活塞才能烘干, 烘箱内的温度保持 100-150°C, 约 0.5h, 待烘箱内的温度降至室温时才能取出。切不可把很热的玻璃仪器取出, 以免破裂。当烘箱已工作时那么不能往上层放入湿的器皿, 以免水滴下落, 使热的器皿骤冷而破裂。

3. 吹干

有时仪器洗涤后需立即使用, 可使用吹干, 即用气流枯燥器或电吹风把仪器吹干。首先将水尽量沥干后, 参加少量丙酮或乙醇摇洗并倾出, 先通入冷风吹 1~2min, 大局部溶济挥发后, 再吹入热风至完全枯燥为止, 最后吹入冷风使仪器逐渐冷却。

三、常用仪器的保养

有机化学实验常用各种玻璃仪器的性能是不同的, 必须掌握它们的性能、保养和洗涤方法, 才能正确使用, 提高实验效果, 防止不必要的损失。下面介绍几种常用的玻璃仪器的保养和清洗方法。

1. 温度计

温度计水银球部位的玻璃很薄, 容易破损, 使用时要特别小心, 一不能用温度计当搅拌棒使用; 二不能测定超过温度计的最高刻度的温度; 三不能把温度计长时间放在高温的溶剂中。否那么, 会使水银球变形, 读数不准。

温度计用后要让它慢慢冷却, 特别在测量高温之后, 切不可立即用水冲洗。否那么, 会破裂, 或水银柱断裂。应悬挂在铁架台上, 待冷却后把它洗净抹干, 放回温度计盒内, 盒底要垫上一小块棉花。如果是纸盒, 放回温度计时要检查盒底是否完好。

2. 冷凝管

冷凝管通水后很重。所以安装冷凝管时应将夹子夹在冷凝管重心的地方, 以免翻倒。洗刷冷凝管时要用特制的长毛刷, 如用洗涤液或有机溶液洗涤时, 那么用软木塞塞住一端, 不用时, 应直立放置, 使之易于。

冷凝管分为直形冷凝管, 空气冷凝管, 球形冷凝管和蛇形冷凝管, 如 1—1(7)至图 1—1(10)。

3. 蒸馏烧瓶

蒸馏烧瓶的支管容易碰断, 故无论在使用时或放置时都要特别注意保护蒸馏烧瓶的支管, 支管的熔接处不能直接加热。

其洗涤方法和烧瓶的洗涤方法相同, 参阅无机化学实验。

4. 分液漏斗

分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂口的，假设非原配的，就可能不严密，所以，使用时要注意保护它。各个分液漏斗之间也不要相互调换，用后一定要在活塞和盖子的磨砂口间垫上纸片，以免日久后难于翻开。

5. 砂芯漏斗

砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗，不然，难于洗净。滤板不太稠密的漏斗可用强烈的水流冲洗，如果是较稠密的，那么用抽滤方法冲洗。必要时用有机溶剂洗涤。

第二节 实验记录、报告的根本要求

学生在本课程开始时，必须认真地阅读本书第一局部有机化学实验的一般知识。在进行每个实验时，必须做好预习、实验记录和实验报告。

一、预习

为了使实验能够到达预期的效果，在实验之前要做好充分的预习和准备，预习时除了要求反复阅读实验内容，领会实验原理，了解有关实验步骤和考前须知外，还需在实验记录本上写好预习提纲。以制备实验为例预习提纲包括以下内容：

(1)实验目的：

(2)主反响和重要副反响的反响方程式；

(3)原料、产物和副产物的物理常数；原料用量(单位：g, mL, mol)，计算理论产量；

(4)正确而清楚地画出装置图；

(5)用图表形式表示实验步骤。

二、实验记录

实验记录本应是一装订本，不得用活页纸或散纸。记录本按照以下格式做实验记录：

(1)空出记录本头几页，留作编目用；

(2)把记录本编好页码；

(3)每做一个实验，应从新的一页开始；

(4)假设你对实验操作没有变动时，不必再把操作细节记上。但应记录：试剂的规格和用量，仪器的名称、规格、牌号，实验的日期，实验所用去的时间，实验现象和数据。对于观察的现象应忠实地详尽地记录，不能虚假。判断记录本内容的标准，是记录必须完整，且组织得好和清楚，不仅自己现在能看懂，甚至几年后也能看懂，而且还使他人能看得明白。如漏记了主要内容，就将难于补救了。

实验记录

日期	年	月	日				
时间				步骤	现象	备注	

实验报告的根本要求

实验报告应包括实验的目的要求、反响式、主要试剂的规格、用量（指合成实验）、实验步骤和现象、产率计算、讨论等。要如实记录填写报告，文字精炼，图要准确，讨论要认真。关于实验步骤的描述，不应照抄书上的实验步骤，应该对所做的实验内容作概要的描述。实验报告应包括：

实验题目

(1)实验目的；

(2)反响式：

主反响：

副反响：

- (3)主要试剂及产物的物理常数;
- (4)仪器装置图;
- (5)实验步骤和现象记录;
- (6)产品外观、重量、产率;
- (7)讨论。

第二章 有机化学实验

第一节 有机化合物的制备

实验一 甲烷 乙烯 乙炔

【实验目的】

1. 了解甲烷、乙烯、乙炔的实验室制法和性质，饱和烃与不饱和烃的共性与特性;
2. 掌握三种气体制备的实验演示操作。

【实验原理】

实验室中甲烷的制取是用无水乙酸钠和碱石灰(预先均作脱水、枯燥处理)混合加热。发生如下反响

乙烯的制取是用无水乙醇和浓硫酸共热到 160℃以上，发生了分子间脱水 t

乙炔的制取是用电石(碳化钙)与水反响

【实验用品】

仪器和材料 : 50ml 注射器、温度计(200℃)、蒸馏烧瓶、洗气瓶、分液漏斗、集气瓶、烧杯、蒸发皿、玻璃片、硬质大试管、导管、尖嘴玻璃管、滴管、玻棒、量筒、研钵、水槽、酒精灯或煤气灯，托盘天平、铁架台及附件、铁蒸发皿，石棉网、电子打火枪、500mL 塑料试剂瓶、小塑料瓶、火柴、碎瓷片。

药品 : 浓硫酸、10%稀硫酸、浓盐酸，10%氢氧化钠溶液，0.5%高锰酸钾溶液、3%溴水、饱和食盐水、无水乙醇，氢氧化钠固体、碱石灰、无水乙酸钠、重铬酸钾固体、电石(碳化钙)、二氧化锰粉末。

【实验内容及操作】

1. 甲烷的制取和性质

(1)试剂的预处理

实验室中制备甲烷常用无水乙酸钠与碱石灰反响。无水乙酸钠极易吸水，使用时，应先放在铁蒸发皿中加热灼烧。灼烧后乙酸钠就熔化，需不断搅拌，放出气泡(水蒸气)。到气泡很少时，停止加热。冷却后，将无水乙酸钠倒入研钵内研成粉末，盛放在枯燥的试剂瓶里，塞紧瓶塞，必要时可保存在枯燥器里备用。有时由于加热过度，得到的固体呈灰黑色，仍可以用。如果实验室没有无水乙酸钠，也可用 $\text{NaAc}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 代替。对于 $\text{NaAc}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 在反响钱也要进行预处理；把它放在铁蒸发皿中，加热、熔化，接着就放出结晶水，成为白色疏松的固体，继续加热，白色固体又熔化，待熔融物不再有气泡放出时，可停止加热。冷却、凝固、敲碎后，保存在枯燥器中。市售碱石灰加有达黄指示剂，呈粉红色硬块，未加指示剂的是白色或灰白色硬块，必须击碎、研习，使用前应在瓷蒸发皿中煅烧去水。因为市售的碱石灰中，氢氧化钠含量只占全重的 1/7 左右，不适用于制取甲烷。如果用市售碱石灰的话应另参加一定量的氢氧化钠固体。

(2)甲烷的制取

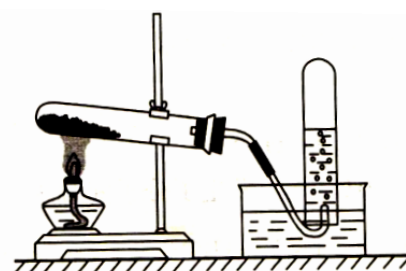


图 2-11-1 甲烷的制取

称取经过预处理的无水乙酸钠 6g、碱石灰 3g、氢氧化钠固体 3g。将它们充分研合后，按图 2—11—1 所示制取甲烷。用酒精灯先将试管均匀加热，然后集中火力加热混合物，火焰应从试管的中部逐渐移向底部(如果先加热底部那么最初生成的甲烷气体逸出时，可能会把细粉状的混合物冲散而堵塞导管)。本实验用 6g 无水乙酸钠可制取甲烷约 1200mL。

(3) 甲烷的性质

①与高锰酸钾反应取一支试管参加 2mL 0.5% 的高锰酸钾溶液，再滴入 10 滴 10% 硫酸酸化，通入甲烷，观察颜色是否褪色。

⑦与溴水反应用排水集气法收集满一试管甲烷，向试管中参加 2mL 溴水，塞上塞子，振荡。观察溶液颜色有无变化。

③可燃性检验甲烷纯度后(与检验氢气的方法相同)，将导管改为尖嘴玻璃管，点燃甲烷，观察火焰颜色。

④甲烷和空气的混合气体的爆炸 向枯燥的 500mL 塑料瓶中通入 50mL 甲烷(利用注射器)，塞上带有电子枪的塞子后，颠倒几次，使甲烷和空气充分混合。然后扳动扳机，瓶内混合气体就被电火花点燃而爆炸。

⑤ 甲烷跟氯气的取代反应

方法一：取直径 20~30mm 洁净大试管一支，用排饱和食盐水法收集氯气 2/3~3/4 管再通入甲烷到满管，然后把整个装置(如图 2—11—2)移到窗口或室外，使其受太阳光照射。假设光线太强，罩以铁丝网或塑料网以减弱光的强度，以防发生爆炸。假设天气不佳，可用多种光源如 1000W 碘钨灯、100W 自炽灯或 8W 的日光灯照射。由于光源强度不同，离反响器的距离也不同。采用碘钨灯，开始时可放在反响器 1m 左右，然后可慢慢移近。采用 8W 日光灯距离反响器 2~3cm 为宜。在光线照射下饱和食盐水缓缓上升，10~20min 后，液面浮着淡黄色的油状液滴。

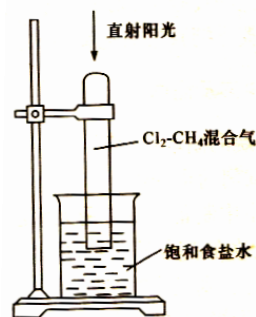


图 2-11-2 甲烷的取代反应装置(I)

方法二：如图 2—11—3 所示，选两个大小相同、瓶口能相互吻合的集气瓶，分别收集一瓶甲烷和一瓶氯气，用玻璃片盖住瓶口，再把盛有氯气的一瓶隔着玻璃片对准瓶口，倒置在装有甲烷的集气瓶上，然后迅速抽去玻璃片，并将两瓶口对口地拿起上下翻动几次，使充分混合，再分别用玻璃片盖好，观察混合气颜色变化情况。接着再放到阳光下照射 3-5min 后观察现象。

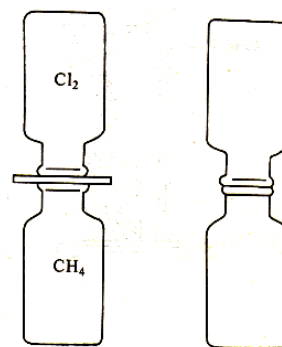


图 2-11-3 甲烷的取代反应装置(II)

(4) 实验考前须知

①制备甲烷用的碱石灰和无水乙酸钠都要进行预处理。

②做甲烷和空气的混合气体爆炸实验时，甲烷和空气的体积比要在甲烷的爆炸极限(5%~15%)内，否则实验不会成功。为确保平安，爆炸用的塑料试剂瓶应朝向无人处引爆。

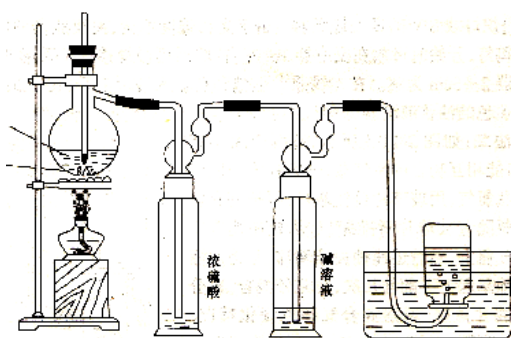
③点燃甲烷前一定要检验其纯度。

④用方法二做甲烷与氯气的取代反应时，为防止因爆炸而发生危险，可用有机玻璃片或硬纸片盖住盛有混合气体的集气瓶。

2. 乙烯的制取和性质

(1) 乙烯的制取

实验装置如图 2—11—4 所示。蒸馏烧瓶中铺上一层洁净而枯燥的碎瓷片或碎玻璃，既作催化剂又可防止暴沸，参加 5mL 乙醇，然后慢慢地参加 15mL 浓硫酸，振荡使其充分混合，蒸馏烧瓶的侧管顺次跟盛有浓硫酸(除去乙醇和乙醚蒸气)和 10% 的氢氧化钠溶液(除去二氧化碳和二氧化硫)的洗气瓶连接，蒸馏烧瓶内插入 200C 的温度计，使水银球浸没在乙醇和浓硫酸的混合液里。一开始就用酒精灯加热烧瓶使温度急速上升，很快越过 170°C(为什么?)，当洗气瓶中有连续的、均匀的气泡冒出时，再缓缓地加热。在加热过程中，混合液由无色逐渐变成浅棕色直至黑棕色，估计烧瓶内的空气被赶尽后，可用排水法进行收集。



(2) 乙烯的性质

① 加成反响把乙烯通入盛有 3mL 3% 溴水的试管中，溴水的颜色很快褪去。或在充满乙烯的集气瓶里，注入少量溴水，盖上涂有凡士林的毛玻片，振荡，溴水的颜色很快消失。把玻璃片稍翻开一些，可以听到有空气冲进瓶里发出“嘶”的声音。

② 氧化反响把乙烯通入盛有 3mL 0.5% 的高锰酸钾溶液(加几滴 10% 的硫酸)的试管中，紫色立即褪去。

在尖嘴玻璃管口点燃纯洁的乙烯，观察现象。

(3) 实验考前须知

① 乙烯制取实验的关键是控制好温度，要使混合物温度迅速升到 170°C 以上，如温度低于 170°C 那么将发生分子间脱水，生成乙醚，但温度过高，醇又可能发生复杂的深度分解，还可能导致浓硫酸和醇发生氧化复原反响。

② 做乙烯与高锰酸钾反响的实验时，所用的高锰酸钾溶液必须是稀的，否那么会使溶液变成暗褐色。

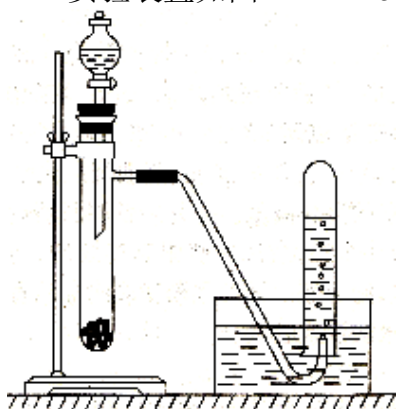
③ 制备乙烯的蒸馏烧瓶一定要加入防止液体暴沸的碎瓷片或碎玻璃片。

④ 点燃乙烯前一定要检验其纯度。

3. 乙炔的制取和性质

(1) 乙炔的制取

实验装置如图 2—11—5 所示，检查气密性后，在集气瓶中放入几小块电石(碳化钙)，再向分液漏斗中注入饱和食盐水。旋转分液漏斗的活塞，使其慢慢滴下食盐水(约每秒一滴)。当空气排净后，可以用排水集气法收集乙炔气体。假设生成的乙炔气体能够经过浓硫酸与重铬酸钾晶体混合液(或硫酸铜溶液)洗气后再收集，可获得无气味的乙炔气体。



(2) 乙炔的性质

① 加成反响把乙炔气体通入盛有 3mL 3% 溴水的试管中，可以看到溴水的颜色逐渐消失。如果在收满乙炔的试管中注入一些溴水，塞上塞子，充分振荡，可使溴水的颜色消失得快些。

② 氧化反响将乙炔气体通入盛有 3mL 0.5% 高锰酸钾溶液(加几滴 10% 硫酸)的试管中，可看到紫色逐渐消失。

在尖嘴管口点燃逸出的乙炔气体，观察现象。

取一小塑料瓶，将它注满水倒立于水槽中，用排水法收集 1/3 容积乙炔和 2/3 容积氧气，用玻璃片盖好，正立于实验台上，然后再拿掉玻璃片，迅速地用事先已燃着的细长木条点燃塑料瓶中的混合气体，即有强烈爆炸声产生。

(3)实验考前须知

①制备乙炔所用的碳化钙最好用蚕豆大小的块状，如果颗粒太小甚至呈粉状，反响会异常猛烈，产生大量泡沫。为了能使乙炔气体平稳而均匀地发生，可用饱和食盐水或饱和的氯化铵溶液代替水与碳化钙反响；也可向电石上加少量的乙醇、冰醋酸将电石漫润，然后逐滴加水，那么无泡沫产生。

②点燃乙炔前要检验其纯度。

③由于乙炔和氧气的混合气体在点燃时，爆炸非常强烈。因此，不能用玻璃器皿作爆炸容器。

【讨论与研究】

1. 关于甲烷的制备和性质

(1)碱石灰的组成与作用

碱石灰是氢氧化钠和生石灰的混合物，可购得，呈块状。使用前把它放在铁研钵中敲碎，或放在水泥地上，用铁板垫好敲碎，再在瓷研钵中研碎。使用前也应煅烧去水，烘干后再跟无水乙酸钠混合。

如没有碱石灰可用下法制得：在铁或瓷蒸发皿中放置两份煅烧好磨碎的生石灰，然后参加一份饱和氢氧化钠溶液，把混合物蒸干、煅烧、磨碎，即得。

制备甲烷时，碱石灰中的生石灰不参与变化，但生石灰可稀释混合物的浓度，使生成的甲烷气体易于外逸，同时也减少了固体氢氧化钠在高温时跟玻璃的作用，防止试管破裂。此外，氢氧化钠吸湿性很大，水分的存在又不利于制备甲烷反响的进行，利用生石灰的吸水性可克服这一缺点。

实验二 蒸馏水的制取

【实验目的】

学习水蒸气蒸馏的原理及应用，掌握水蒸气蒸馏的装置及其操作方法。

【实验原理】

水蒸气蒸馏是用来别离和提纯液态或固态有机化合物的一种方法，常用在以下几种情况：

(1)某些沸点高的有机化合物，在常压蒸馏虽可与副产品别离，但易将其破坏；

(2)混合物中含有大量树脂状杂质或不挥发性杂质，采用蒸馏、萃取等方法都难于别离的；

(3)从较多固体反响物中别离出被吸附的液体。

被提纯物质必须具备以下几个条件：

(1)不溶或难溶于水；

(2)共沸腾下与水不发生化学反响；

(3)在 100°C 左右时，必须具有一定的蒸气压[至少 666.5~1333 Pa(5~10 mmHg)]。

当有机物与水一起共热时，整个系统的蒸气压根据分压定律，应为各组分蒸气压之和。

即

$$P=P(\text{H}_2\text{O})+P_A$$

式中 P 为总蒸气压， $P(\text{H}_2\text{O})$ 为水蒸气压， P_A 为与水不相溶物质或难溶物质的蒸气压。

当总蒸气压(P)与大气压力相等时，那么液体沸腾。显然，混合物的沸点低于任何一个组分的沸点，即有机物可在比其沸点低得多的温度，而且在低于 100°C 的温度下随蒸气一起蒸馏出来，这样的操作叫做水蒸气蒸馏。例如在制备苯胺时(苯胺的 bp 为 184.4°C)，将水蒸气通入含苯胺的反响混合物中，当温度到达 98.4°C 时，苯胺的蒸气压为 5652.5 Pa，水的蒸气压为 95427.5 Pa，两者总和接近大气压力，于是，混合物沸腾，苯胺就随水蒸气一起被蒸馏出来。

伴随水蒸气蒸馏出的有机物和水，两者的质量比[$M_A / M(\text{H}_2\text{O})$]

等于两者的分压 $[p_A$ 和由 $P(H_2O)]$ 分别和两者的相对分子质量(M_A 和 M_{18})的乘积之比,因此在馏出液中有有机物同水的质量比可按下式计算:

这个数值为理论值因为实验时有相当一局部水蒸气来不及与被蒸馏物作充分接触便离开蒸馏烧瓶,同时,苯胺微溶于水,所以实验蒸出的水量往往超过计算值,故计算值仅为近似值。又例如,用水蒸气蒸馏 1-辛醇和水的混合物,1-辛醇的沸点为 195.0°C ,1-辛醇与水的混合物在 99.4°C 沸腾,纯水在 99.4°C 时的蒸气压约为 $98\,952\text{ Pa}$,在此温度下 1-辛醇的蒸气压约为 2128 Pa ,1-辛醇的相对分子质量为 130,在馏出液中 1-辛醇与水的质量比为

即每蒸出 0.155 g 1-辛醇,便伴随蒸出 1 g 水,因此,馏出液中水的质量分数为 87% ,1-辛醇的质量分数为 13% 。

【实验步骤】

图2—35是实验室常用的水蒸气蒸馏装置,包括水蒸气发生器、蒸馏局部、冷凝局部和接受器四个局部。

水蒸气发生器一般是用金属制成的,如图2—36,也可用短颈圆底烧瓶代替。例如, 1000 mL 短颈圆底烧瓶作为水蒸气发生器,瓶口配一双孔软木塞,一孔插入长 1 m ,直径约为 5 mm 的玻璃管作为平安管,另一孔插入内径约 8 mm 的水蒸气导出管。导出管与一个 T 形管相连, T 形管的支管套上一短橡皮管,橡皮管上用螺旋夹夹住, T 形管的另一端与蒸馏局部的导入管^[1]相连,这段水蒸气导入管应尽可能短些,以减少水蒸气的冷凝。T 形管用来除去水蒸气中冷凝下来的水,有时当操作发生不正常的情况时,可使水蒸气发生器与大气相通。

蒸馏局部通常是采用长颈圆底烧瓶,被蒸馏的液体体积不能超过其容积的 $1/3$,斜放桌面成 45° 。这样可以防止由于蒸馏时液体跳动十分剧烈而引起液体从导出管冲出,以至沾污馏出液。

为了减少由于反复移换容器而引起的产物损失,常直接利用原来的反响器(即非长颈圆底烧瓶),按图2—37装置进行水蒸气蒸馏;如产物不多,那么改用半微量装置。

在作为蒸馏局部(盛有欲别离的物质)的长颈圆底烧瓶上,配双孔软木塞。一孔插入内径约 9 mm 的水蒸气导入管,使它正对烧瓶底中央,距瓶底 $8\sim 10\text{ mm}$,另一孔插入内径约 8 mm 的导出管,其末端连接一直形冷凝管。

通过水蒸气发生器平安管中水面的上下,可以观察到整个水蒸气蒸馏系统是否畅通,假设水面上升很高,那么说明有某一局部阻塞,这时应立即旋开螺旋夹,移去热源,拆下装置进行检查(一般多数是水蒸气导入管下管被树脂状物质或者焦油状物所堵塞)和处理。否那么,就有可能发生塞子冲出、液体飞溅的危险。

在水蒸气发生瓶中,参加约占容器 $3/4$ 的热水。待检查整个装置不漏气(怎样检查?)后,旋开 T 形管的螺旋夹。加热至沸腾。当有大量水蒸气产生从 T 形管的支管冲出时,立即旋紧螺旋夹,水蒸气便进入蒸馏局部,开始蒸馏。在蒸馏进程中,如由于水蒸气的冷凝而使烧瓶内液体量增加,以至超过烧瓶容积的 $2/3$ 时,或者水蒸气蒸馏速度不快时,那么将蒸馏局部隔石棉网加热之,要注意瓶内崩跳现象,如果崩跳剧烈,那么不应加热,以免发生意外。蒸馏速度为 $2\sim 3\text{ 滴/s}$ 。

在蒸馏过程中，必须经常检查平安管中的水位是否正常，有无倒吸现象，蒸馏局部混合物溅飞是否厉害。一旦发生不正常，应立即旋开螺旋夹，移去热源，找原因排故障，待故障排除后，方可继续蒸馏。

当馏出液无明显油珠时，便可停止蒸馏，此时必须先旋开螺旋夹，然后移开热源，以免发生倒吸现象。

【注释】

[1]水蒸气导入管的弯制：取一适当长度的玻璃管，在玻璃管一端的适当位置上(过长那么无法插入长颈圆底烧瓶中，过短那么接触液体不深或未能接触液体)先弯成 135° ，套上软木塞，再于上端适当位置弯成 100° 左右。注意两端的方向要一致，不要弯拉成扭曲状，而且上端(与T形管相连接处)要短一些。

【问题】

1. 进行水蒸气蒸馏时，水蒸气导入管的末端为什么要插入到接近于容器的底部？
2. 在水蒸气蒸馏过程中，经常要检查什么事项？假设平安管中水位上升很高时，说明什么问题，如何处理才能解决呢？

实验三 萃取

【实验目的】

学习萃取法的原理和方法。

【实验原理】

萃取也是别离和提纯有机化合物常用的操作之一。通常被萃取的是固态或液态的物质。从液体中萃取常用分液漏斗，分液漏斗的使用是根本操作之一。

设溶液由有机化合物X溶解于溶剂A而成，现如要从其中萃取X，我们可选择一种对X溶解度极好，而与溶剂A不相混溶和不起化学反响的溶剂B。把溶液放入分液漏斗中，参加溶剂B，充分振荡。静置后，由于A与B不相混溶，故分成两层。此时X在A、B两相间的浓度比，在一定温度下，为一常数，叫做分配系数，以K表示，这种关系叫做分配定律。用公式来表示：

(注意：分配定律是假定所选用的溶剂B，不与X起化学反响时才适用的)

依照分配定律，要节省溶剂而提高提取的效率，用一定量的溶剂一次参加溶液中萃取，那么不如把这个量的溶剂分成几份作屡次来萃取好，现用算式来说明。

依次类推，每次萃取所用溶剂B的体积均为 V_B ，经过n次萃取后， m_n =溶质(X)在溶剂A中的剩余量为

例：在 15°C 时4g正丁酸溶于100 mL水的溶液，用100 mL苯来萃取正丁酸。 15°C 时正丁酸在水中与苯中的分配系数为 $K=1/3$ ，假设1次用100 mL苯来萃取，那么萃取后正丁酸水溶液中的剩余量为

萃取效率为 $\frac{4\text{ g} - 1\text{ g}}{4\text{ g}} \times 100\% = 75\%$

从上面的计算，可知用同一分量的溶剂，分屡次用少量溶剂来萃取，其效率要比一次用全量溶剂来萃取高。

【实验步骤】

本实验以乙醚从醋酸水溶液中萃取醋酸为例来说明实验步骤。

1. 一次萃取法

用移液管准确量取10mL冰醋酸和水的混合液（冰醋酸与水以1:19的体积比相混合），放入分液漏斗中，用10 mL乙醚萃取。注意近旁不能有火，否则易引起火灾。参加乙醚后，先用右手食指的末节将漏斗上端玻璃塞顶住，再用大拇指及食指和中指握住漏斗这样漏斗转动面海用左手的食指和中指蜷握在活塞的柄上，使振摇过程中（如图2-39所示）玻

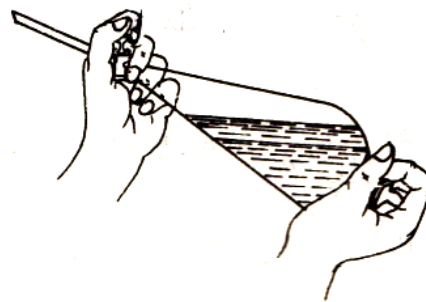


图 2-39 振荡分液漏斗示意图

璃塞和活塞均夹紧。上下轻轻振摇分液漏斗，每隔几秒钟将漏斗倒置（活塞朝上），小心翻开活塞，以平衡内外压力，重复操作2~3次，然后再用力振摇相当的时间，使乙醚与醋酸水溶液两不相溶的液体充分接触，提高萃取率，振摇时间太短那么影响萃取率^[2]。

将分液漏斗置于铁圈，当溶液分成两层后，小心旋开活塞，放出下层水溶液于50 mL三角烧瓶内^[3]，参加3~4滴酚酞作指示剂，用0.2 mol / L标准氢氧化钠溶液滴定，记录用去氢氧化钠溶液的体积。计算：(1)留在水中的醋酸量及质量分数；(2)留在乙醚中的醋酸量及质量分数。

2. 屡次萃取法

准确量取10 mL冰醋酸与水的混合液于分液漏斗中，用10 mL乙醚如上法萃取，分去乙醚溶液，将水溶液再用10 mL乙醚萃取，分出乙醚溶液后，将第二次剩余的水溶液再用10 mL乙醚萃取。如此前后共计3次。最后将用乙醚第三次萃取后的水溶液放入50 mL的三角烧瓶内，用0.2 mol / L氢氧化钠溶液滴定，计算：

- (1)留在水中的醋酸量及质量分数；
- (2)留在乙醚中的醋酸量及质量分数。

根据上述两种不同步骤所得数据，比拟萃取醋酸的效率。

【注释】

[1]常用的分液漏斗有球形、锥形和梨形3种，在有机化学实验中，分液漏斗主要应用于：

- (1)别离两种分层而不起作用的液体；
- (2)从溶液中萃取某种成分；
- (3)用水或碱或酸洗涤某种产品；
- (4)用来滴加某种试剂(即代替滴液漏斗)。

在使用分液漏斗前必须检查：

- (1)分液漏斗的玻璃塞和活塞有没有用棉线绑住；
- (2)玻璃塞和活塞紧密否？如有漏水现象，应及时按下述方法处理：脱下活塞，用纸或干布擦净活塞及活塞孔道的内壁，然后，用玻璃棒沾取少量凡士林，先在活塞近把手的一端抹上一层凡士林，注意不要抹在活塞的孔中，再在活塞两边也抹上一圈凡士林，然后插上活塞，反时针旋转至透明时，即可使用。

分液漏斗用后，应用水冲洗干净，玻璃塞用薄纸包裹后塞回去。使用分液漏斗时应注意：

- (1)不能把活塞上附有凡士林的的分液漏斗放在烘箱内烘干；
- (2)不能用手拿住分液漏斗的下端；
- (3)不能用手拿住分液漏斗进行别离液体；

(4)上口塞翻开后才能开启活塞；

(5)上层的液体不要由分液漏斗下口放出。

[2]使用分液漏斗来萃取或洗涤液体，一般可按此操作进行，效率较高。但如果由于大力振摇以至乳化，静置又难分层时，那么应改变操作方法，可用右手按住漏斗口端玻璃塞，左手挡住下端活塞平放漏斗，作前后振摇数次，然后斜置漏斗使下端朝上，旋开活塞放出气体。

[3]不能将醚层放入三角烧瓶内，亦不能将水层留于分液漏斗内。在水层放出后，须等待片刻，观察是否还有水层出现，如有，应将此水层再放入三角烧瓶内。总之，放出下层液体时，注意不要使它流得太快，待下层液体流出后，关上活塞，等待片刻，观察再有无水层分出，假设尚有，应将水层放出，而上层液体，那么应从分液漏斗口倾入另一容器中。

对于在两液相中分配系数 K 较大的物质，一般使用分液漏斗萃取3~4次便足够了，而对于 K 值接近1的物质，必须经历次的萃取，最好是使用连续萃取的方法。液体连续萃取所用的仪器随所使用溶剂的密度不同而异。

【问题】

1. 影响萃取法的萃取效率的因素有哪些？怎样才能选择好溶剂？
2. 使用分液漏斗的目的何在？使用分液漏斗时要注意哪些事项？
3. 两种不相溶的液体同在分液漏斗中，请问相对密度大的在哪一层？下一层的液体从哪里放出来？放出液体时为了不要流的太快，应该怎样操作？留在分液漏斗中的上层液体，应从哪里倾入另一容器中？

实验四 1-溴丁烷的制备

【目的要求】

1. 熟悉由醇制备溴代烷的原理，掌握1-溴丁烷的制备方法
2. 掌握带有气体吸收的回流装置的安装与操作
3. 了解干燥剂的使用，掌握利用萃取和蒸馏精制液体粗产物的操作技术

【实验原理】

1-溴丁烷也称正溴丁烷，是无色透明液体，沸点 101.6°C ，不溶于水，易溶于醇、醚等有机溶剂。是麻醉药盐酸丁卡因的中间体，也用于生产染料和香料。

本实验采用正丁醇与氢溴酸在硫酸催化下发生溴代反响制取1-溴丁烷。

醇与氢溴酸的反响是可逆的，为使化学平衡向右移动，提高产率，本实验中增加了溴化钠和硫酸用量，以使反响物之一氢溴酸过量来加速正反响的进行。

溴代反响结束后，利用蒸馏的方法将产物从反响混合液中分出，副产物硫酸氢钠及过量的硫酸那么留在残液中。粗产物中含有未反响完全的正丁醇、氢溴酸及副产物正丁醚等，可通过水洗和酸洗别离除去，而少量的1-丁烯那么因沸点低，在回流过程中不能被冷凝逸散而去。

由于反响中逸出的溴化氢气体有毒，所以本实验中采用了带有气体吸收的回流装置。

【实验用品】

氢氧化钠溶液(5%)	圆底烧瓶(100mL)
碳酸钠溶液(1%)	分液漏斗(100mL)
硫酸溶液(70%)	烧杯(200mL)
玻璃漏斗(声50mm)	正丁醇

浓硫酸
接液管
电热套(或电炉与调压器)
温度计(200°C)
锥形瓶(100mL)
直形冷凝管
球形冷凝管
无水氯化钙
蒸馏头
接液管
溴化钠
沸石

【实验步骤】

1. 溴代

在100mL圆底烧瓶中参加35mL硫酸溶液，振摇下参加13mL正丁醇，混匀后再参加17g研细的溴化钠和几粒沸石。充分振摇后立刻装上球形冷凝管及气体吸收装置。用200mL烧杯盛放100mL氢氧化钠溶液作吸收液(注意：漏斗口要接近液面而不能浸入液面下)。

用电热套(或石棉网)加热，缓慢升温，使反响液呈微沸。此间应经常轻轻振摇烧瓶，直至溴化钠完全溶解。从第一滴回流液落入反响器中开始计算时间，回流1h。

2. 蒸馏

停止加热(但暂时不停冷却水)。待稍冷后撤除气体吸收装置及冷凝管。补加沸石后，在烧瓶上安装蒸馏头(可不装温度计，将蒸馏头上口用塞子塞上)或蒸馏弯头，改为蒸馏装置，加热蒸馏，用锥形瓶接收馏出液。

当圆底烧瓶内油层消失，接受器中不再有油珠落下时^[1]，停止蒸馏。烧瓶中的残液应趁热倒入废液缸中^[2]。

3. 水洗

将蒸出的粗1-溴丁烷倒入分液漏斗中，用15mL水洗涤^[3]，小心地将下层粗产物放入枯燥的锥形瓶中。

4. 酸洗

在不断振摇下，向盛有粗产物的锥形瓶中滴加3~5mL浓硫酸^[4]，至溶液明显分层且上层液澄清透明(此间假设瓶壁发热，可置冷水中冷却)。将此混合液倒入枯燥的分液漏斗中，静置分层后，仔细地分去下层酸液^[5]。

5. 水洗、碱洗、水洗

将分液漏斗中的有机层依次用10mL水、15mL碳酸钠溶液、10mL水洗涤后，将下层液放入一枯燥的锥形瓶中。

6. 枯燥

向盛有粗产物的锥形瓶中参加29无水氯化钙，配上塞子。充分振摇至液体变为澄清透明(假设不透明，应适量补加枯燥剂)，再放置20min。

7. 蒸馏

将枯燥好的液体通过漏斗滤入圆底烧瓶中，参加几粒沸石，参照图2—18安装一套枯燥的普通蒸馏装置，加热蒸馏。用事先称量过质量的锥形瓶作接受器，收集99~103℃馏分。

【注释】

[1]可取一支试管，收集几滴馏出液，参加少许水摇动，如无油珠出现，那么表示有机物已蒸完。

[2]残液中的硫酸氢钠冷却后会结块，不易倒出。所以要趁热将其倾出，并及时清洗烧瓶。

[3]用水洗去溶解在溴丁烷中的溴化氢。否那么滴加浓硫酸后，溶液会变成红色并有白烟产生，这是由于浓硫酸与溴化氢发生了氧化复原反响：

[4]用浓硫酸洗去粗产物中少量未反响完全的正丁醇和副产物正丁醚等杂质。

[5]浓硫酸具有较强的氧化性和腐蚀性，所以该酸层不能随意倒入下水道，应倒入指定的废液缸中。

【实验指南与平安提示】

1.注意：1—溴丁烷有毒，不要与皮肤直接接触！

2.回流过程中，振摇烧瓶时应注意保护气体吸收装置。

3.实验的粗产物在分液漏斗中进行洗涤和别离操作的次数较多，每一次别离前必须明确产品在哪一层。为预防造成不可弥补的损失，应将所有液层都保存到实验结束。整个洗涤过程中，静置要充分，别离要完全，以确保实验产率。

4.最后--步蒸馏要求全套仪器必须枯燥，否那么蒸出的产品将出现混浊。可在第一次蒸馏后立即清洗仪器并送入烘箱枯燥，也可另备一套枯燥的仪器。

【思考题】

1. 参加物料时，是否可以先将溴化钠与硫酸混合，然后再参加正丁醇?为什么?

2. 加热回流时，烧瓶内有时会出现红棕色，为什么?

3. 在用碳酸钠溶液洗涤粗产物之前，为什么要先用水洗?用碳酸钠溶液洗涤时，要特别注意什么问题?

4. 在本实验的气体吸收装置中，为什么要用氢氧化钠溶液作吸收液?

【预习指导】

1、查阅有关资料，填写下表。

品名	M/(g/mol)	b.p./°C	ρ /(g/cm ³)	水溶性	使用规格	投料量		理论产量
						质量/g(体积/mL)	mol	
正丁醇					—			—
溴化钠		—	—		—			—
硫酸溶液	—	—	—	—			—	—
碳酸钠溶液	—	—	—	—			—	—
硫酸溶液	—						—	—
1-溴丁烷					—	—	—	

2. 做本实验前，请认真阅读“带有气体吸收的回流装置”、“回流操作程序”、“萃取与洗涤”、“普通蒸馏”和“液体物质的枯燥”等内容。

实验五 乙醇氧化制乙醛

【实验目的】

掌握乙醇在催化剂和受热条件下氧化生成醛的实验演示技能。

【实验原理】

乙醇在铜或银作为催化剂的情况下，能被空气中的氧所氧化，生成乙醛

乙醇也能被酸性重铬酸钾溶液氧化，生成乙醛

在实验室可以用银氨溶液来检验生成的乙醛

【实验用品】

仪器和材料：烧杯、具支试管、小试管、量筒、玻璃管、导管、滴管、酒精灯，铁架台、铁夹、气唧、橡皮塞、橡皮管、火柴。

药品：2%氨水、稀硫酸溶液(6mol·L⁻¹)，5%硝酸银溶液、5%重铬酸钾溶液、无水乙醇、蒸馏水，铜丝、石棉绒或玻璃丝。

【实验内容及操作】

1. 空气氧化法(实验装置如图 2—13—1 所示)

(1)作为催化剂的铜丝，可取之于电线。电线中的细铜丝不处理即可直接使用，假设用稀硝酸处理其效果更佳。

(2)先将铜丝放置在细的硬质玻璃管中，铜丝可绞缠在一起，以增加接触面。它的两端塞以少量石棉绒或玻璃丝，防止在鼓气时铜丝滑动。在具支试管中参加约 10mL。无水乙醇。

(3)操作时应先预热玻璃管，再以氧化焰加热铜丝集中处，然后用气唧鼓入空气和乙醇蒸气的混合气体，当其通过加热的铜丝时，可以观察到铜丝的颜色呈有规律的变化：紫红色 \neq 黑色的交替变化，同时发出明亮的光。这证明 Cu 被氧化成 CuO 后，CuO 作氧化剂把乙醇氧化成具有刺激性的气体乙醛，而 CuO 本身又被复原为 Cu。

(4)从铜丝的发热和发光现象，可证明此反响是放热反响。该反响开始需加热。当铜丝发热和发光后即可移去灯焰。利用放出的热量维持反响温度。如乙醇蒸气时，铜丝立即暗下来，继续再鼓，十清楚显。

(5)用银氨溶液检验

2. 重铬酸钾氧

(1)在大具支试
时参加 2mL 稀硫

(2) 从 图
添加约 1mL 乙

(3)反响几分钟
取小试管中乙醛溶

【考前须知】

1. 乙醇必须
蒸气于加热的铜丝
反响不明显。

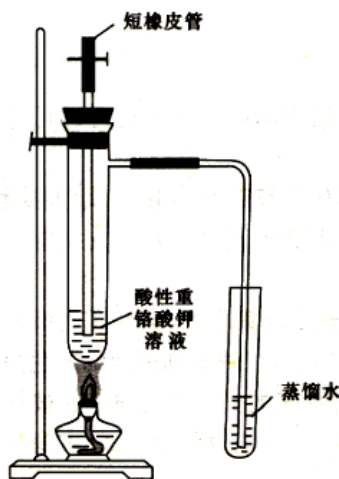


图 2-13-2 乙醇氧化制乙醛(II)

乙醛的生成。

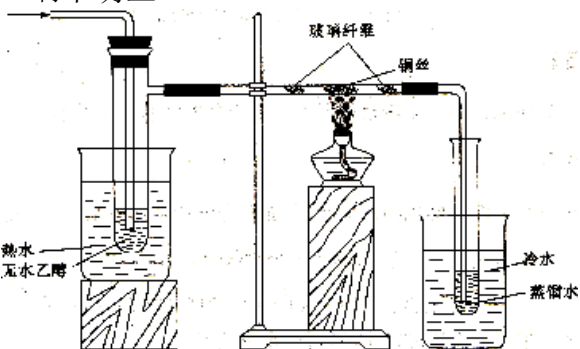
化法(实验装置见图 2—13—2)

管内盛放 5mL, 5% 的重铬酸钾溶液，同
酸酸化，并小火加热混合液接近沸腾。

2—13—2 中短橡皮管处用胶头滴管逐滴
醇。

后可见到具支试管中液体变绿色，此时
液用银镜反响验证。

用无水乙醇，否那么当鼓入空气和乙醇
时，铜丝不会发红和发出光亮，放热反



2. 用银氨溶液检验乙醛的反响：①所用的
试管必须干净；②配制的银氨溶液，氨水不能过
量；③必须水浴加热(70°C左右)。

【讨论与研究】

1. 硝酸银氨溶液(银氨溶液，又称 Tollens
试剂)的配制与保存

用一试管取 5% 硝酸银溶液，向其中逐滴参
加 2% 的氨水至沉淀刚好溶解即可。

银氨溶液较长时间放置后，会析出易爆

物质氮化银(Ag₃N)

因此银氨溶液不能长期储存，使用时必须现配现用，剩下的银氨溶液可用硝酸处理。

2. 银镜反响

含有醛基的复原性的糖，如葡萄糖、麦芽糖等都能发生银镜反响。分子中具有 α -羟

基酮结构 $\begin{array}{c} \text{OH} \quad \text{O} \\ | \quad \quad \quad | \\ \text{—CH—C—} \end{array}$ (如果糖)和 α -羟基酸(如乳酸 $\begin{array}{c} \text{OH} \\ | \\ \text{CH}_3\text{—CH—COOH} \end{array}$)也可以发生银镜反响。反

响时，醛分子中的碳碳双键、羟基、氨基等不受银氨溶液的影响。如

银镜反响常用于醛类、复原性糖类的鉴别和制镜工业。

实验六 茶多酚的制备

【实验目的】

1. 通过茶叶和咖啡中有效成分的提取了解固、液相别离方法；
2. 掌握吸滤、萃取、分液、升华等实验操作。

【实验原理】

咖啡因(caffeinum)化学式为 $C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$ (1,3,7-三甲基-2,6-二氧嘌呤), 是具有绢丝光泽的一种白色针状晶体。其结构式为

100°C时晶体失去结晶水后开始升华, 120°C时升华显著, 至 178°C时升华很快。无结晶水物的熔点为 235°C, 能溶于水(2%)、乙醇(2%)、苯(1%)、氯仿(12.5%)等。

由于其在氯仿中溶解度较大, 可通过萃取茶叶的水浸渍液提取咖啡因。根据其易升华的性质, 可用升华法进一步提纯咖啡因。

茶多酚是由 30 种以上的酚类物质组成的混合物。其中儿茶素(又名儿茶酚)含量最高, 在茶多酚总量中占 60%~80%。其结构式为

茶多酚在乙酸乙酯中溶解度较大, 并且能与重金属作用产生沉淀, 故可用沉淀、萃取等方法来提取茶多酚。

也可用此方法从细、粗咖啡中提纯咖啡因作为对照实验。

【实验用品】

仪器和材料: 烧杯(50、100、200mL)、50mL 量筒、150mL 分液漏斗、布氏漏斗、吸滤瓶、酒精灯、点滴板, 真空泵(或水流吸气泵)、托盘天平、剪刀、铁架台、滤纸。

药品: 饱和石灰水、5%氢氧化钠溶液、氨水、 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸、盐酸、氯仿、乙酸乙酯, 茶叶(当年新茶, 隔年陈茶)、咖啡(粗, 细)、氢氧化钙固体、氯酸钾固体, 酸性碘-碘化钾试剂。

【实验内容及操作】

1. 方法 I——热水浸渍法

- (1)称取 5.0g 茶叶, 剪碎, 浸渍于盛有 200mL 蒸馏水的烧杯中^[1];
- (2)加热煮沸约半小时;
- (3)过滤^[2];
- (4)用 30mL 氯仿分三次(15、8、7mL)萃取滤液, 合并氯仿相, 先用 5%氢氧化钠溶液, 再用适量水洗涤^[3];
- (5)挥发掉有机溶剂^[4], 得粗咖啡因;
- (6)用 30mL 乙酸乙酯分三次(15、8、7mL)萃取氯仿萃取过的水相;
- (7)用适量水洗涤萃取液;
- (8)挥发有机溶剂, 即得茶多酚。

2. 方法 II——碱液浸渍法

- (1)称取茶叶 5.0g, 用剪刀剪碎;
- (2)将茶叶放入盛有 200mL 饱和石灰水的烧杯中;
- (3)再向烧杯中投入 2.0g 氢氧化钙固体;
- (4)煮沸 30min 后过滤;
- (5)将过滤所得清液用 30mL 氯仿分三次萃取(15、8、7mL);
- (6)合并有机相, 先用 5%氢氧化钠溶液洗涤, 再用适量水洗涤;
- (7)将洗涤后的氯仿相挥发溶剂^[4]可得粗咖啡因;
- (8)将过滤所得固相用硫酸溶液($2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)100mL 转溶, 搅拌 10min 以上;
- (9)过滤, 固相弃去;
- (10)滤液用乙酸乙酯萃取, 共 30mL 分三次(15、8、7mL);
- (11)洗涤有机相, 挥发溶剂^[4]可得茶多酚。

3. 实验结果

实验所得数据填入下表

方法	茶叶种类	质量/g	咖啡因		茶多酚	
			质量/g	含量/%	质量/g	含量/%
I	陈茶	5.0				

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/168057103032006061>