

有机化学实验指导

(供生命科学学院学生使用)

化学学院有机化学教研室

2002年2月

目 录

实验一	熔点的测定	1
实验二	蒸馏和沸点的测定	4
实验三	重结晶提纯法	7
实验四	芳烃的性质	9
实验五	醇和酚的性质	11
实验六	醛酮的制备和性质	13
实验七	羧酸及其衍生物的性质	15
实验八	糖类的化学性质	16
实验九	胺的性质	20
实验十	乙酸乙酯的制备	22

有机化学实验指导

(供生命科学学院学生使用)

实验一 熔点测定

熔点是固体有机化合物的一个重要的物理常数。

当晶体固体物质加热到一定的温度时,就从固态转变为液态,此时的温度可视为该物质的熔点,然而晶体的真实熔点,应为固液两态在大气压力下成平衡的温度,纯粹的晶形物质都有其固定的敏锐的熔点,在一定的压力下,固液两态之间的变化是非常敏锐的。自初熔至全熔温度的变化(所谓“熔点范围”)不超过 $0.5\sim 1\text{C}$ 。

如果晶体有机物质不纯,即便只有少量的杂质存在,也能使熔点范围显著加大,并且熔点降低。这一事实可由“混合熔点”的方法来加以认识。因为两种固体若为同一物质,则无论以何种比例混合,将有一定不变的熔点,相反,不同固体之混合物则将会降低熔点。

因而,可以通过测定熔点来鉴别固体有机物的纯度或初步鉴定是何种有机物。

最方便和常用的测定熔点的方法是毛细管法。下面我们对毛细管法测熔点的诸问题作说明。

1. 仪器装置:

毛细管法测熔点的仪器有多样。例如图1和图2,图1是应用烧杯,内盛浴热液体,温度计置于其中,装有欲测样品的毛细管紧附在温度计旁。缓缓加热并不断搅拌,读出当毛细管中的样品熔化时的温度,即为测求的熔点。图2则是应用提氏熔点管,应用提氏熔点管时无须使用搅拌器了,因为此仪器设计本身就能很好地使浴热液体冷热对流。

提氏熔点管是较方便的和常用的,我们实验时将使用它。

在使用提氏熔点管时,浴热液不可灌注太满,因为浴液在受热时膨胀,在使用浓硫酸作浴液时,尤应注意,因为由于膨胀可能使之触及固定毛细管的橡皮圈而腐蚀橡皮圈,毛细管可能堕下,硫酸亦被弄脏。

作为浴热液体,最常使用的是浓硫酸,其使用范围是 250C 以下。

温度计、毛细管、熔点管的相对位置,如图2。

2. 测定方法

(1)加热方法:必须十分注意加热的方法,这是测准熔点的主要关键,主要是使温度缓慢而均匀地升高。在测定的开始时,加热使温度升速度为每分钟 $5\sim 6\text{C}$,距离熔点 $10\sim 20\text{C}$ 时, $1\sim 2\text{C}/\text{分}$,在熔点附近时,不超过 $0.5\text{C}/\text{分}$ 。

必须严格缓慢地加热的基本原因在于两方面。

第一个原因,只是在使溶液、温度计和毛细管内样品的温度趋于平衡的状态下,测定结果才准确,因为热量由溶液传至毛细管内的样品,总不是瞬间就能达到的,同时样品在熔化