



面向21世纪课程教材

大学基础化学实验(II)

第二版

蔡良珍 虞大红 主编



化学工业出版社



面向21世纪课程教材

大学基础化学实验(II)

第二版

蔡良珍 虞大红 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《大学基础化学实验Ⅱ》(第二版)是为高等院校应用化学专业学生编写的实验教材。该教材以有机合成为主线,将有机化合物物性测定、色谱和波谱等有机物的分离分析方法融入其中,适当增加了综合性实验内容,将更有利于培养学生综合运用各种知识分析、解决问题的能力。本书包括基本实验技能、有机合成实验、天然产物的提取与分析、综合性实验和物质性质测定五大部分。

本书既可作为高等院校应用化学以及相关专业的实验教材,又可供从事化学实验工作或从事化学研究的技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

大学基础化学实验(Ⅱ)/蔡良珍,虞大红主编.—2版.
北京:化学工业出版社,2010.3
面向21世纪课程教材
ISBN 978-7-122-07292-4

I. 大… II. ①蔡…②虞… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第229708号

责任编辑:宋林青
责任校对:宋夏

文字编辑:向东
装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京市彩桥印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张15 字数399千字 2010年4月北京第2版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:26.00元

版权所有 违者必究

前 言

《大学基础化学实验(Ⅱ)》第一版于2003年3月出版。第一版编写是建立在新的实验课程设置尝试打破原来分设的无机、分析、有机和物化四门化学实验课程的体系,对实验技能训练进行科学组合,加强应用意识及综合、创新能力的培养。几年来本书经过华东理工大学化学与分子工程学院化学系和理工优秀生部各专业以及国内一些高等院校的使用,取得一定成效,并在2007年获得上海市普通高校优秀教材三等奖。学生通过该模式的训练后,都能较熟练地掌握有关有机合成、天然有机化合物的提取、有机化合物的分离提纯以及物性的测定等实验技能,并且使学生的综合应用实验技能有了明显提高。

化学实验教学是一项系统工程,需要一批长期为化学实验教学默默奉献的教师在教学实践中不断探索、总结和提高。即利用教师的许多科研成果的合适部分改造成实验教学内容,开设综合性、创造性实验和研究性课题,因此第二版教材在保持第一版编写指导思想和教材特色的基础上,对部分内容进行了删选和补充,实验编排作了合理的调整,结合化学系教师多年的科研成果,增加了一些适合本科学生实验的、与科研实际相结合的课题,欲进一步加强学生查阅资料、解决实际问题的能力和创新能力,据此对第一版作如下的修改。

1. 对原第1~3章内容进行了部分删选和补充,如在乙酸正丁酯合成中补充了固体超强酸催化剂的制备和应用,肉桂酸的合成增加了酯化部分,两种酯化实验装置、方法的不同,学生可以做个比较,并新增了斯克劳普反应等。

2. 对原第4章的天然产物的提取和分析内容单独设一章,更换了一个实验。

3. 原第4章的“多步有机合成及其结构分析和综合性设计实验”设为第5章:综合性实验。在“多步有机合成及其结构分析”一节增加了安息香的辅酶绿色合成方法、微波合成、介孔分子筛和离子液体的合成及性质的测定等。在“综合性设计实验”一节增加了显色剂、植物生长调节剂半叶素的合成设计、手性拆分和未知样品的鉴定或分离的内容。

4. 原第5章物质性质测定更改为第6章,并对其内容作了部分删选和补充。

5. 为使教材能体现科学技术的不断发展,更新了实验中所涉及的仪器,同时考虑到地区差异,适当保留了原有仪器的型号和使用方法。

本次修订工作由蔡良珍、虞大红负责修订和统稿。

本次修订得到了华东理工大学教务处、化学工业出版社、华东理工大学化学与分子工程学院化学系及使用本教材的各高等院校师生的大力支持,在此深表感谢。

本次修订是否妥当,恳请同行及读者提出宝贵意见。

编 者

2009年8月于上海

第一版前言

为适应 21 世纪的科技发展和 社会对理科应用化学人才培养的需要，多年来在理论课程改革的同时，化学实验课程的改革也一直没有间断。新的实验课程设置尝试打破原来分设的无机、分析、有机和物化四门化学实验课程的体系，对实验技能训练进行科学组合，加强应用意识及综合、创新能力的培养。《大学基础化学实验(Ⅱ)》是继 2000 年 8 月出版的《大学基础化学实验(Ⅰ)》之后，为新的实验课程体系配套的第二本教材。

《大学基础化学实验(Ⅱ)》是为大学二年级学生编写的化学实验课程教材。该教材在体系上，以有机合成为主线，将有机化合物的物性测定、色谱和波谱等有机物分离和分析方法溶入其中，因此更有利于培养学生综合运用各种知识分析、解决问题的能力。对于一些应用化学专业二年级学生必须掌握的，但一时还难以归入有机合成主线的实验内容单独设立第 5 章。在内容上，增加了相转移催化反应等较新领域的有机合成实验以及设计性实验的内容，使学生能了解和尽早接触本学科的前沿发展，并进行科学研究的初步训练。在实验手段上，部分有机合成实验采用半微量合成装置，以进行更为严密的基本实验技能训练；增添了傅里叶变换红外光谱仪、核磁共振波谱仪等现代有机分析仪器方法，使学生能接触和运用现代科技的最新成果，有利于提高学生的科学素养。

《大学基础化学实验(Ⅱ)》教材中的实验体系，于 1997 年秋季开始就在华东理工大学应用化学专业二年级学生中试行。历经 5 年的改革实践，在自编教材三易其稿的基础上编写出版了本教材。教材前四章中的有机合成部分由蔡良珍、肖繁花执笔，有机分析部分由苏克曼执笔，虞大红编写了第 5 章和附录，并负责全部书稿及图的编排和润色。本教材在编写过程中得到了“面向 21 世纪应用化学课程系列改革课题组”负责人朱明华教授和冯仰捷教授的热情指导和帮助，也得到华东理工大学教务处、化学系的大力支持，在此表示衷心感谢。

化学实验教学的改革是一项十分艰巨的任务，需要在长期教学实践中不断探索、总结和提高。编写这样一本基础化学实验教材涉及广泛的理论和实际知识，需要丰富的实践经验，由于我们的水平有限，不当甚至错误之处在所难免，希望读者和同行不吝指正。

编 者
2002. 10

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 教学特点	1
1.2 课程设计思路与教学要求	1
1.3 实验预习、记录和实验报告	2
1.3.1 实验预习	2
1.3.2 实验记录	3
1.3.3 实验报告	3
1.4 实验室基本知识	3
1.4.1 实验室规则	3
1.4.2 实验室安全知识	4
1.4.3 常用玻璃仪器简介	5
第 2 章 基本实验技能	8
2.1 基本实验操作	8
2.1.1 加热与冷却	8
2.1.2 干燥和干燥剂	9
2.1.3 配塞打孔、玻工技术	11
2.2 物性测定	12
2.2.1 熔点测定	12
2.2.2 沸点测定	15
2.2.3 折射率测定	15
2.3 有机物的分离、提纯技术	17
2.3.1 概述	17
2.3.2 蒸馏法	17
2.3.3 萃取法	20
2.3.4 重结晶法	22
2.3.5 升华法	23
2.3.6 薄层色谱和柱色谱	23
第 3 章 有机合成实验	28
3.1 有机合成原理与方法	28
3.2 有机合成实验	28
实验一 环己烯	28
实验二 1-溴丁烷	29
实验三 苯丁醚	31
实验四 三苯甲醇	32
实验五 8-羟基喹啉	34

实验六	对硝基苯甲酸	35
实验七	乙酰苯胺	37
实验八	乙酸正丁酯	40
实验九	乙酰水杨酸(阿司匹林)	42
实验十	肉桂酸及肉桂酸乙酯	43
实验十一	三乙基苄基氯化铵(TEBA)	45
实验十二	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷	46
实验十三	苯乙醇酸(扁桃酸)	48
实验十四	二苯乙烯基甲酮(双苄叉丙酮)	49
实验十五	呋喃甲醇和呋喃甲酸	50
实验十六	己内酰胺	51
第4章	天然产物的提取与分析	53
4.1	气相色谱分析的基本原理及方法	53
4.1.1	概述	53
4.1.2	气相色谱仪	54
4.1.3	色谱工作站	58
4.2	有机物的波谱鉴定	60
4.2.1	波谱分析概述	60
4.2.2	紫外及可见吸收光谱	61
4.2.3	红外吸收光谱	64
4.2.4	核磁共振氢谱	69
4.3	天然化合物的提取与分析	74
实验十七	茶叶中咖啡因的提取及其红外光谱的测定	74
实验十八	黄连中黄连素的提取及其紫外光谱分析	78
实验十九	橙皮中柠檬烯的提取及气相色谱分析	80
实验二十	从植物叶片中分离色素	83
实验二十一	番茄素的提取	84
实验二十二	从红辣椒中分离红色素	85
第5章	综合性实验	87
5.1	多步有机合成及其结构分析	87
实验二十三	偶氮苯及其光学异构(TLC)	87
实验二十四	苯佐卡因的合成及其核磁共振谱分析	88
实验二十五	对位红及棉布的染色	92
实验二十六	乙酰乙酸乙酯的合成及其波谱分析	94
实验二十七	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的合成及其红外光谱分析	98
实验二十八	安息香的辅酶合成及氧化	102
实验二十九	微波法合成邻甲基苯甲酸	104
实验三十	介孔分子筛制备及其比表面积测定	105
实验三十一	离子液体的合成及性质的测定	110
5.2	综合性设计实验	115
实验三十二	从黑胡椒中提取胡椒碱	116
实验三十三	2-乙基丙二酸二乙酯的合成	116

实验三十四	N -甲酸乙酯哌嗪的合成	116
实验三十五	显色剂 N -苯甲酰- N -苯基羟胺的合成	117
实验三十六	半叶素 3-乙酰基-4-四氢噻唑羧酸的合成	117
实验三十七	2,4,6-三甲基苯胺的合成	117
实验三十八	($\pm$)- α -苯乙胺的合成及拆分	118
实验三十九	几组未知样品的鉴定或分离	118
第 6 章	物质性质测定	119
6.1	测量误差与实验数据处理	119
6.1.1	国际单位制 (SI) 和我国的法定计量单位	119
6.1.2	实验数据的整理与表达	120
6.1.3	误差传递及其应用	124
6.2	物性测定实验	126
实验四十	气体黏度的测定	126
实验四十一	液体或固体密度的测定	128
实验四十二	燃烧热测定	130
实验四十三	不同外压下液体沸点的测定	133
实验四十四	环己烷-乙醇恒压气液平衡相图绘制	135
实验四十五	量气法测定一级分解反应速率系数	138
实验四十六	氨基甲酸铵分解平衡常数的测定	140
实验四十七	蔗糖转化反应速率系数测定	142
实验四十八	酯皂化反应动力学	144
实验四十九	甲酸液相氧化反应动力学方程式的建立	147
实验五十	可燃气-氧气-氮气三元系爆炸极限的测定	150
实验五十一	计算机在线测定 B-Z 化学振荡反应	152
实验五十二	溶液表面张力测定	155
实验五十三	原电池反应电动势及其温度系数的测定	158
实验五十四	强电解质溶液无限稀释摩尔电导的测定	159
实验五十五	金属钝化曲线的测定	161
实验五十六	分子磁化率测定	164
附录		168
附录 1	实验报告范例	168
附录 2	有机化合物的物理常数表	172
2.1	说明	172
2.2	有机化合物的物理常数	173
2.3	有机化合物的物理常数缩略字	182
2.4	有机化合物的分子式索引	183
附录 3	红外光谱主要基团的特征吸收频率	188
附录 4	压力的测量与控制	190
4.1	压力单位	190
4.2	U 形液柱压力计	190
4.3	气压计使用与读数校正	192
4.4	电测压力计的原理	193

4.5	恒压控制	194
4.6	真空的获得与测量	195
附录 5	电化学测量	198
5.1	电导、电导率及其测定	198
5.2	抵消法测定原电池电动势	200
5.3	参比电极与盐桥	201
5.4	电极的预处理	203
附录 6	部分实验仪器设备使用简介	204
6.1	JH2X 型数字式恒电位仪	204
6.2	PCM-1A 型精密电容测量仪	204
6.3	UJ-25 型电位差计	204
6.4	FJ-3003 化学实验通用数据采集与控制仪使用说明	207
6.5	JW-004 型比表面测试仪使用说明	211
附录 7	国际单位制辅助单位和部分实验数据表	213
7.1	SI 辅助单位、具有专门名称的导出单位与十进倍数的词头	213
7.2	我国选定的非国际单位制单位	213
附录 8	十进制倍数和分数的词头	214
附录 9	不同温度下, 水的密度、表面张力、黏度、蒸气压	214
附录 10	镍铬-考铜热电偶 (EA-2) 分度表	215
附录 11	30.0℃ 环己烷-乙醇二元系组成 (以环己烷摩尔分数表示)-折射率对照表	216
附录 12	部分实验化合物的红外光谱图及核磁共振氢谱图	218
附录 13	常用有机化学工具书	229
参考文献		232

第1章 绪 论

《大学基础化学实验(Ⅱ)》是针对21世纪应用化学专业人才培养目标的要求而设置的一门新课程,是应用化学专业设置的化学实验系列课程之一。大学基础化学实验(Ⅱ)的内容,以有机合成实验为主线,将有机化合物的物性测定、色谱和波谱等有机物分离和分析方法融入其中,打破了原来无机、分析、有机、物化四门化学实验课自成体系的系统。对实验技能训练进行科学组合,更加注意培养学生的科学素养、综合能力和创新意识。

1.1 教学特点

(1) 大学基础化学实验(Ⅱ)是为大学应用化学专业二年级学生开设的一门独立的化学实验课程,以加强基本技能与应用性技能训练,培养学生综合能力、应用意识和创新精神为目的,选择内容,安排实验。

(2) 打破无机、分析、有机、物化的界线,突出认识过程中“综合”这一环。有机合成的最终目的是利用一系列有机反应,从廉价、易得的原料合成制得有高应用价值、高附加值的有机化合物。本书通过①一步或多步有机合成反应;②反应产物的分离和提纯;③目标产物的物性测定和结构鉴定整个过程,培养学生的应用意识、综合能力和科学素养。

(3) 强调“综合”,但又不流于形式。对一些应用化学二年级学生必须掌握的,但一时还难以归入有机合成主线的实验内容,如一些物理化学实验,单独设立第6章。

(4) 更新实验内容,增加了相转移催化反应等较新领域的实验内容,以及傅里叶变换红外光谱、核磁共振波谱等先进的实验手段。

(5) 在实验技能训练方面,删除了单纯为训练实验技能而设置的实验,如蒸馏、重结晶等,而将基本实验技能训练放入相关的有机合成实验中进行,有效地缩减了学时数。

(6) 增加了设计性实验的内容,让学生学习科学研究的全过程,包括资料查阅,实验设计,准备和实施,实验结果的分析与讨论以及实验报告的撰写,培养学生科学的思维方法和综合应用知识的能力。

1.2 课程设计思路与教学要求

《大学基础化学实验(Ⅱ)》是一门独立的化学实验课程,它按基本实验技能训练、有机合成实验和综合性实验三个层次,由浅入深、由简到繁,循序渐进。

(1) 基本实验技能训练

① 实验基本知识和操作 涉及有机合成实验中普遍使用的加热、冷却、干燥、压力的测量与控制等实验室基本技术,以及玻工操作和配塞打孔等。

② 有机物的分离和提纯 包括蒸馏法、萃取法、重结晶法、升华法和经典色谱法。

③ 物性测定 涉及熔点、沸点、折射率等简单的物性测定。

以上这些基本实验技能训练,不单独安排实验,而是结合相应的有机合成或天然产物提取实验进行,避免不必要的重复。

(2) 有机合成实验

主要是简单的、一步完成的有机合成实验。通过这些实验,让学生掌握有机合成反应中常用的实验装置和实验操作技能,并学习典型的有机合成反应。例如,通过乙酰苯胺和乙酸正丁酯的合成,掌握从反应体系中除去水的不同方法及其原理和适应范围;通过 1-溴丁烷的合成,掌握带气体吸收装置的回流冷凝装置及操作等。

(3) 天然产物的提取与分析

当今社会崇尚“绿色”,回归自然,因此天然化合物的提取和应用将成为一个新的热点。这一部分是具有很强应用背景的内容,在具体实验内容的选择上既考虑到涵盖天然药物、色素、香料等较宽领域,又兼顾提取手段的多样性,如溶剂萃取、水蒸气蒸馏、升华等。

(4) 综合性实验

这一层次的实验教学主要培养学生的独立工作能力和综合能力,并在上述两个层次的基础上强化实验基本操作和技能训练,在实验内容上安排了以下两个方面。

① 多步有机合成以及结构分析 通过不同合成路线的比较和选择,培养学生分析问题,综合运用知识的能力。在内容选择上增加了较新的合成反应,如相转移催化反应等,使学生能尽早接触有机合成领域中的新进展。也增加应用性较强的实验,如对位红染料的合成及棉布染色,进一步增强学生的应用意识,也有利于提高学生的学习兴趣。在实验操作技能方面,进行强化训练。

② 综合性设计实验 由学生按题目要求,自行查阅资料,设计准备实验,并进行实验,最后对结果进行分析、讨论并写出报告。通过这样的方式培养学生的独立工作能力和初步的科研能力。

以上(3)、(4)两个部分又都是将有机化学和仪器分析(气相色谱、紫外吸收光谱、红外吸收光谱、核磁共振氢谱等)结合起来。用仪器分析方法定性鉴定提取的天然化合物或合成的目标产物,或进行定量测定。使学生掌握各种仪器分析方法所提供的独特信息以及适用范围,同时也让他们亲自操作这些现代分析仪器并进行数据处理技术,提高科学素养。

由于仪器分析中的每一科目都有其独自的原理,所以在这一部分的一开始简要介绍了气相色谱、紫外光谱、红外光谱和核磁共振氢谱的基本原理和仪器结构。

在本教材编写过程中,我们并不刻意追求形式上的划一,对于一些一时难于与有机合成实验这一主线结合的,而又比较重要、学生应该掌握的实验内容,采用灵活处理办法,单独设立一部分,例如本教材中的第6章“物性测定实验”。

1.3 实验预习、记录和实验报告

1.3.1 实验预习

实验预习是有机化学实验的重要环节,对实验成功与否、收获大小起着关键作用,学生在实验前必须对所做实验进行认真全面地预习,以便对所做实验内容有全面的了解,做到心中有数,并按要求将预习结果写在实验记录本上。对于那些未预习的学生,实验指导教师有权拒绝他们进行实验。

预习要求:明确实验目的;了解实验原理;领会实验步骤和注意事项;根据实验内容从有关手册或参考书上查出有关试剂、原料、产物的物理常数。例如,在有机合成实验报告中的前五项内容(见附录1实验报告范例1)。

1.3.2 实验记录

实验是培养学生科学素养的重要途径。实验过程中,要求学生做到认真操作、仔细观察、积极思考,并将实验中的各种现象、数据如实地记录下来,记录要做到简单明了、字迹清楚。实验结束时,学生须将实验记录本和产物交给实验指导教师检查。实验记录是研究实验内容、书写实验报告和分析讨论实验结果的重要依据,也是培养学生形成良好实验记录习惯的主要环节。

1.3.3 实验报告

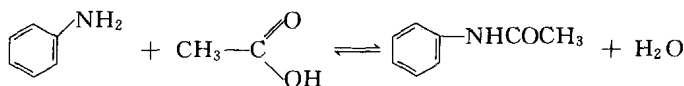
在实验操作完成以后,必须对整个实验加以总结讨论,即讨论实验现象,分析出现的问题,对实验数据、结果进行整理归纳。这是完成整个实验的一个重要组成部分,也是感性认识发生飞跃上升到理性认识的必要步骤。实验报告除了前面提到的预习内容和实验记录,还包括实验结果和讨论。例如有机合成实验的结果包括产物的物理状态、产量、产率。在有机化学反应中,产率的高低和质量的好坏常常是评价一个实验的方法及考核实验者实验技能的重要指标。

实际产量是指实验中实际得到的纯粹产物的重量,简称产量。理论产量是假定反应物完全转化成产物,根据反应方程式(按投料比物质的量小的为基准物)计算得到的产物数量。有机反应中,常因为副反应、反应不完全以及分离提纯过程中引起的损失等原因,实际产量总是低于理论产量。产率是指实际产量和理论产量的比值:

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

以乙酰苯胺的合成实验为例:把 5mL (0.055mol) 苯胺与 7.4mL (0.13mol) 冰醋酸以及 0.1g 锌粉加热反应,经分离提纯得乙酰苯胺 5g,试计算其产率。

根据反应式:



在反应中,按投料比,苯胺物质的量较小,因此在计算理论产量时以苯胺的物质的量为基准,乙酰苯胺的相对分子质量为 135。

$$\text{理论产量} = 135 \times 0.055 = 7.4 \text{ (g)}$$

$$\text{产率} = \frac{5}{7.4} \times 100\% = 67.5\%$$

本书附录 1 提供了两个不同类型的实验报告范例。

1.4 实验室基本知识

1.4.1 实验室规则

为了确保化学实验安全、正确地进行,为了培养学生良好的实验习惯和严谨的科学态度,学生必须遵守以下规则:

① 学生进实验室后首先要了解实验室内水、电、煤气开关的位置和放置灭火器材的地点及使用方法;

② 实验前必须认真预习实验内容,写好预习报告;

③ 在实验过程中应保持桌面清洁整齐,有条不紊,要认真操作,仔细观察,详细记录,不得擅自离开;

④ 实验中固体废物(如火柴、废纸等)和废液(如废酸、废碱及废有机溶剂)不得乱

丢或乱倒, 固体废物应放到废物箱中, 废液要倒入指定的废液缸内, 应养成良好的实验习惯;

⑤ 严格按照实验中规定的药品规格、用量和步骤进行实验, 若要更改, 须征得指导教师同意后才可实施, 公用药品不得任意挪动, 用后立即盖好, 注意节约使用;

⑥ 爱护实验仪器, 严格按照操作规程使用仪器, 自管仪器用后必须洗净, 妥善收藏, 公用仪器用后放回原处, 仪器若有损坏要及时办理登记、补领手续;

⑦ 尊重教师指导, 实验结束后须经教师全面检查, 待教师在实验本上签字后才能离开实验室;

⑧ 值日学生在实验结束后, 负责打扫实验室, 复原公用仪器的位置, 关闭水、电、煤气开关总阀, 由教师检查后方可离去。

1.4.2 实验室安全知识

(1) 火灾的预防和灭火

在有机化学实验中, 常用的有机溶剂大多数是易燃的, 而且多数有机反应往往需要加热, 因此在有机化学实验中防火显得十分重要, 要预防火灾的发生, 必须注意以下几点:

① 实验装置安装一定要正确, 操作必须规范;

② 在使用和处理易挥发、易燃溶剂时不可存放在敞口容器内, 要远离火源, 加热时必须采用具有回流冷凝管的装置, 且不能用明火直接加热;

③ 实验室内不得存放大量易燃物;

④ 要经常检查煤气开关、煤气橡皮管及煤气灯是否完好。

一旦发生火患, 一定要沉着、冷静。首先要关闭煤气, 切断电源, 然后迅速移开周围易燃物质, 再用石棉布或黄沙覆盖火源或用灭火器灭火。当衣服着火时, 应立刻用石棉布覆盖着火处或赶快脱下衣服, 火势大时, 应一面呼救, 一面卧地打滚。

(2) 爆炸事故的预防

实验中发生爆炸其后果往往是严重的。为了防止爆炸事故的发生, 一定要注意以下事项:

① 仪器装置应安装正确, 常压或加热系统一定要与大气相通;

② 在减压系统中严禁使用不耐压的器皿, 如锥形瓶、平底烧瓶等;

③ 在蒸馏醚类化合物, 如乙醚、四氢呋喃等之前, 一定要检查是否有过氧化物, 若有, 必须先除去, 再进行蒸馏, 且切勿蒸干;

④ 使用易燃易爆物如氢气、乙炔等或遇水会发生激烈反应的物质如钾、钠等, 要特别小心, 必须严格按照实验规定操作;

⑤ 对反应过于激烈的实验, 应引起特别注意, 有些化合物因受热分解, 体系热量和气体体积突然猛增而发生爆炸, 对这类反应, 应严格控制加料速率, 并采取有效的冷却措施, 使反应缓慢进行。

(3) 中毒事故的预防

① 反应中产生有毒或腐蚀性气体的实验, 应放在通风柜内或应装有吸收装置, 实验室要保持空气流通。

② 有些有毒物质易渗入皮肤, 因此不能用手直接拿取或接触, 更不准在实验室内吃东西。

③ 剧毒药品应有专人负责保管, 不得乱放。使用者必须严格按照操作规程进行实验。实验中如有头晕、恶心等中毒症状, 应立即到空气新鲜的地方休息, 严重的应立即送医院。

(4) 化学灼伤

强酸、强碱和溴等化学药品触及皮肤均可引起灼伤, 因此在使用或转移这类药品时要十

分小心。如果被酸、碱或溴灼伤，应立即用大量水冲洗，然后再用以下方法处理。

酸灼伤：皮肤灼伤可用5%碳酸氢钠溶液洗涤；眼睛灼伤可用1%碳酸氢钠溶液清洗。

碱灼伤：皮肤灼伤用1%~2%醋酸溶液洗涤；眼睛灼伤用1%硼酸清洗。

溴灼伤：应立即用酒精洗涤，然后涂上甘油或烫伤油膏。

灼伤严重的经急救后应速送医院治疗。

(5) 割伤和烫伤

在玻璃工操作或使用玻璃仪器时，因操作或使用不当，常会发生割伤。要预防割伤，玻璃工操作一定要规范，玻璃仪器使用要正确。如果被割伤，应先取出玻璃碎片，用蒸馏水洗净伤口。小伤口，立即贴上创可贴；严重割伤，大量出血，应在伤口上方用纱布扎紧或按住动脉防止大量出血并立即送往医院医治。

在玻璃工操作中最容易发生烫伤，应注意，切勿用手去触摸刚加热过的玻璃管（棒）以及玻璃仪器。若发生烫伤，轻者涂烫伤膏，重者涂烫伤膏后立即送往医院。

1.4.3 常用玻璃仪器简介

使用玻璃仪器时必须了解：

① 玻璃仪器易碎，使用时要轻拿轻放；

② 玻璃仪器中除烧杯、烧瓶和试管外都不能用火直接加热；

③ 锥形瓶、平底烧瓶不耐压，不能用于减压系统；

④ 带活塞的玻璃器皿如分液漏斗等用过洗净后在活塞和磨口间垫上小纸片，以防止黏结；

⑤ 温度计测量的温度范围不得超出其刻度范围，也不能把温度计当搅拌棒使用，温度计用后应缓慢冷却，不能立即用冷水冲洗，以免炸裂或汞柱断线。

(1) 有机化学实验常用玻璃仪器

实验常用玻璃仪器分为两类，一类为普通玻璃仪器，另一类为标准磨口仪器。

① 普通玻璃仪器 目前这类仪器大都被标准磨口仪器所取代，但有时它还有一定用途，因此这里仍作简单介绍（图1-1）。

② 标准磨口玻璃仪器 标准磨口玻璃仪器（图1-2）是具有标准磨口或标准磨塞的玻璃仪器。这类仪器具有标准化、通用化和系列化的特点。

标准磨口玻璃仪器均按国际通用技术标准制造，常用的标准磨口规格为10、12、14、16、19、24、29、34、40等，这里的数字编号是指磨口最大端的直径毫米数。有的标准磨口玻璃仪器用两个数字表示，如10/30，10表示磨口大端的直径为10mm，30表示磨口的高度为30mm。相同规格的内外磨口仪器可以相互紧密连接，而不同规格则不能直接连接，但可以通过大小口接头，使它们彼此连接起来。

使用标准磨口玻璃仪器可免去配塞子、钻孔等手续，又可避免塞子给反应带进杂质的可能，而且磨砂塞、口可紧密配合，密封性好。

使用标准磨口玻璃仪器时应该注意：

a. 磨口表面必须保持清洁，若粘有固体物质，可导致接口处漏气，同时会损坏磨口；

b. 使用磨口仪器时一般不需涂润滑剂以免玷污产物，但在反应中若有强碱性物质时，则要涂润滑剂以防黏结，减压蒸馏时也要涂一些真空脂类的润滑剂；

c. 磨口仪器使用完毕后，应立即拆开洗净，以防磨口长期连续使用使磨口黏结而难以拆开，分液漏斗及滴液漏斗用毕洗净后，必须在活塞处放入小纸片以防黏结；

d. 安装仪器时要正确，磨口连接处要呈一直线，不能歪斜以免应力集中而造成仪器的破损。

(2) 玻璃仪器的清洗

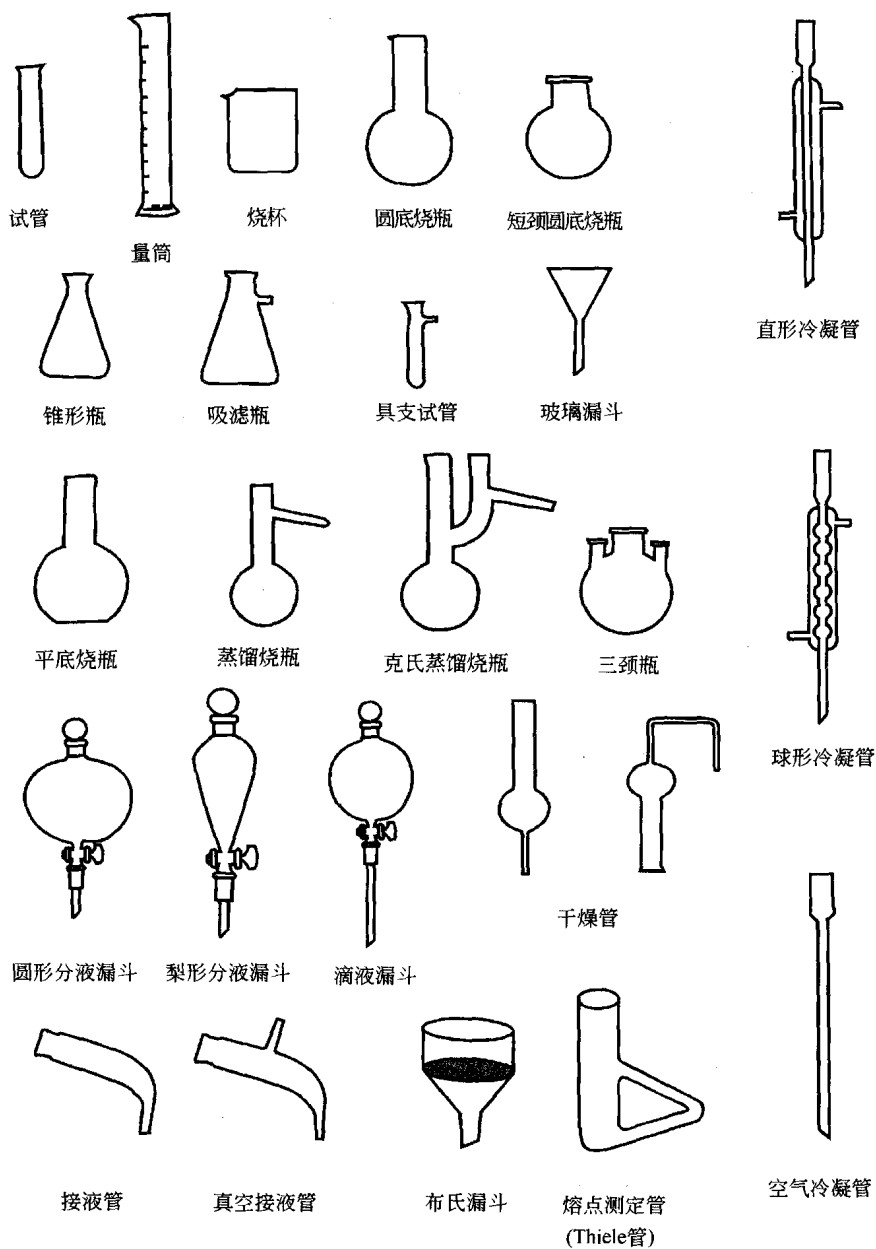


图 1-1 普通玻璃仪器

仪器用毕后应养成立即清洗的习惯。清洗玻璃仪器的一般方法是把仪器和毛刷淋湿，蘸取肥皂粉或洗涤剂，刷洗仪器内外壁，除去污物后，用清水洗涤干净。若要求洁净度较高时，可依次用洗涤剂、去离子水清洗。

(3) 玻璃仪器的干燥

在有机反应中，水的存在往往会影响反应的速度和产率，有些反应必须在无水条件下才能进行，因此仪器洗涤后常常要干燥。最简单的干燥是把仪器倒置，使水自然流下、晾干，也可将仪器放入烘箱或气流干燥器上烘干。若需要急用则倒尽仪器中的存水后，用少量 95% 乙醇或丙酮荡涤，把溶剂倒入回收瓶中后，用电吹风把仪器中残留的溶剂吹干。

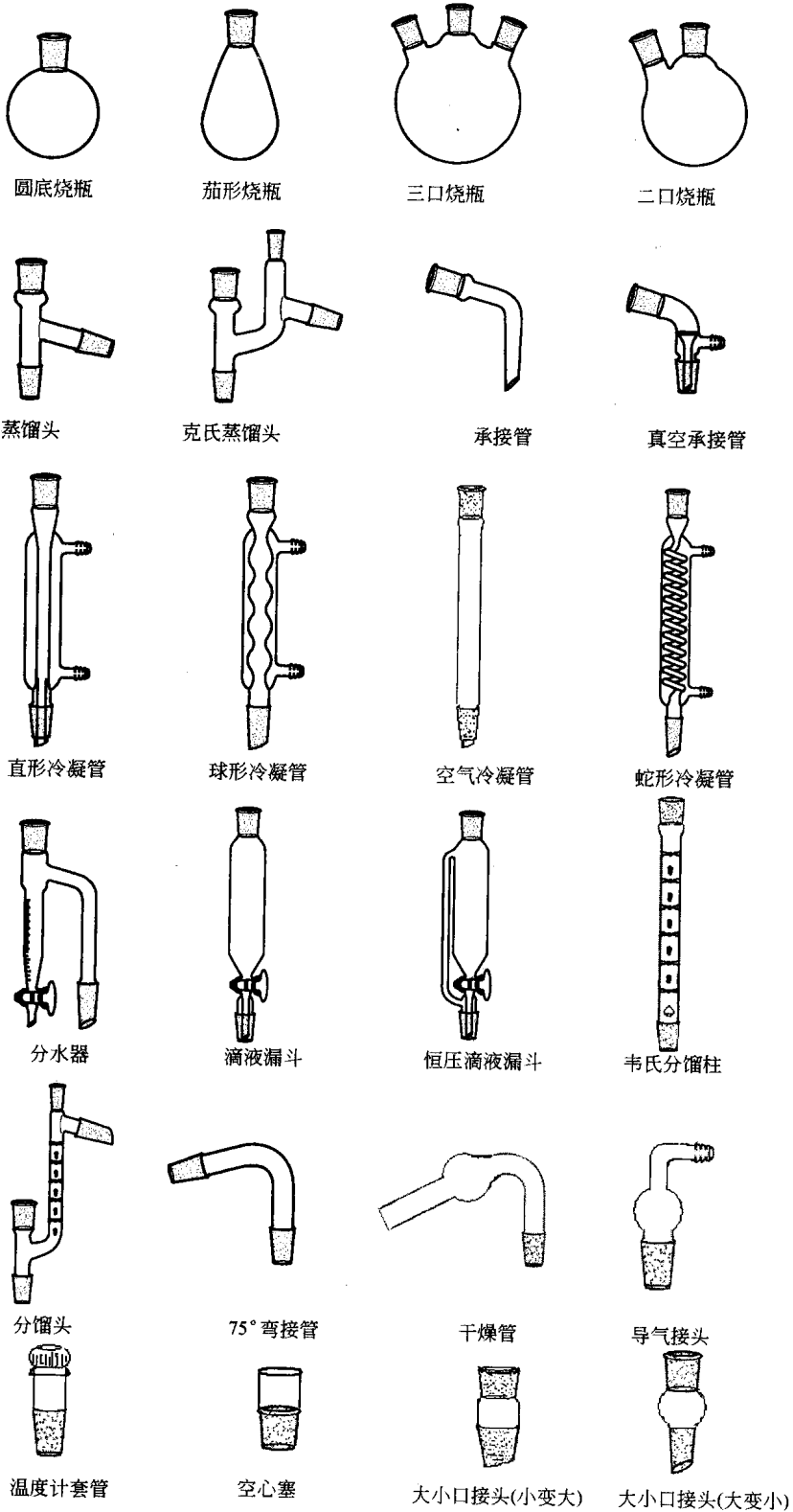


图 1-2 标准磨口玻璃仪器

第2章 基本实验技能

2.1 基本实验操作

2.1.1 加热与冷却

有些有机反应在室温下进行很慢甚至不能进行，通常需要在加热条件下才能加快反应；而有些反应非常剧烈，常常释放出大量热使反应难以控制或生成的产物在常温下易分解，因此反应温度需要控制在室温或低于室温情况下进行。除此之外，许多基本操作如蒸馏、重结晶等也都要加热、冷却。所以加热和冷却的方法在有机化学实验中是十分普遍而又非常重要的。

(1) 加热

化学实验室中常用的热源有煤气、酒精灯、电热套和电热炉等。必须注意，玻璃仪器一般不能用直接火焰加热，因为剧烈的温度变化和加热不均匀都会造成玻璃仪器的破损。同时，由于局部过热，还可能导致化合物部分分解。为了避免直接加热可能带来的问题，根据反应的具体情况，常选用以下间接加热的方式。

① 空气浴加热 这是利用热空气间接加热，实验室中常用的有石棉网上加热和电热套加热。把容器放在石棉网上加热，注意容器不能紧贴石棉网，要留 0.5~1.0cm 间隙，使之形成一个空气浴，这样加热可使容器受热面增大，但加热仍不很均匀。这种加热方法不能用于回流低沸点、易燃的液体或减压蒸馏。电热套是一种较好的空气浴，它是由玻璃纤维包裹着电热丝织成碗状半圆形的加热器，有控温装置可调节温度。由于它不是明火加热，因此可以加热和蒸馏易燃有机物，但是蒸馏过程中，随着容器内物质的减少，会使容器过热而引起蒸馏物的炭化，但只要选择适当大一些的电热套，在蒸馏时再不断调节电热套的高低位置，炭化现象是可以避免的。

② 水浴加热 加热温度在 80℃ 以下，最好使用水浴加热，可将容器浸在水中（水的液面要高于容器内液面）。但切勿使容器接触水浴底，调节火焰，把水温控制在需要的温度范围内。如果需要加热到接近 100℃，可用沸水浴或蒸汽浴加热。

③ 油浴 油浴加热温度范围一般为 100~250℃，其优点是温度容易控制，容器内物质受热均匀。油浴所达到的最高温度取决于所用油的品种。实验室中常用的油有植物油、液体石蜡等。植物油如豆油、棉籽油、菜油和蓖麻油等，加热温度一般为 200~220℃。为防止植物油在高温下分解，常可加入 1% 对苯二酚等抗氧剂，以增加其热稳定性。药用液体石蜡能加热到 220℃，温度再高并不分解，但较易燃烧。这是实验室中最常用的油浴。石蜡也可加热到 220℃。它的优点是在室温时为固体，保存方便。硅油可以加热到 250℃，比较稳定、透明度高，但价格较贵。真空泵油也可加热到 250℃ 以上，也比较稳定，价格较高。油浴在加热时，要注意安全，防止着火。发现油浴严重冒烟，应立即停止加热。油浴中要放温度计，以便调节火焰控制温度，防止温度过高。油浴中油量不能过多，且应防止溅入水滴。

④ 砂浴 要求加热温度较高时，可采用砂浴。砂浴可加热到 350℃。一般将干燥的细砂平铺在铁盘中，把容器半埋入砂中（底部的砂层要薄些）。由于砂浴温度不易控制，故在实