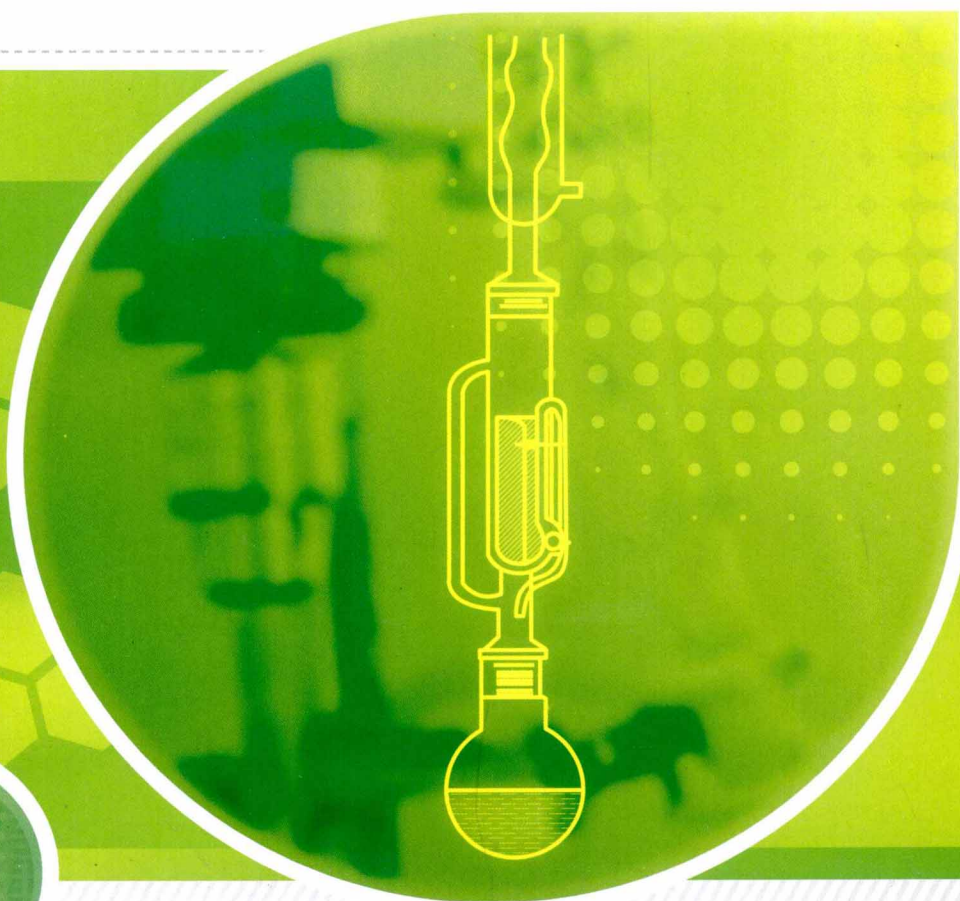


高等学校“十二五”规划教材

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

■ 张昌军 陈震 主编



化学工业出版社

高等学校“十二五”规划教材

有机化学实验

主 编 张昌军 陈震
编 者 (以姓氏笔画为序)

王玉民 朱 焰 李启清
张昌军 陈 震 林晓辉
姜洪丽 曹晓群 葛燕青



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书包括六部分,共编著 47 个实验以供不同专业教学选用。全书按有机化学实验的一般知识、有机化学基本操作实验、天然产物的提取实验、有机化合物的性质实验、有机合成实验、综合和设计性实验安排内容。在实验项目选取上,增加了与日常生活关系紧密的实验,强调基础知识、基本理论、基本技能的学习。

本书主要供以医学、药学、化工、生命科学为主的综合性高等院校各专业本专科生使用,也可供其他相关院校及科研工作者参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/张昌军,陈震主编. —北京:化学工业出版社, 2013. 1

高等学校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-16252-6

I. ①有… II. ①张…②陈… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 002859 号

责任编辑:宋林青 王 岩

装帧设计:史利平

责任校对:王素芹

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:大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 9 字数 219 千字 2013 年 3 月北京第 1 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:19.80 元

版权所有 违者必究

前言

为了适应 21 世纪高等教育改革和现代科学技术飞速发展的需要,以知识传授、能力培养、素质提高、协调发展为教学理念,建立有利于培养实践能力和创新能力的实验教学体系,改革以单纯传授知识为中心的教学内容和教学模式,以学生为本改革有机化学实验的教学内容、方法和手段,建立涵盖基础性、综合性、设计性和创新性实验的多元有机化学实验教学模式,培养高素质的创新型和应用型人才,我们在总结多年教学经验的基础上编写了本教材。

有机化学实验是化学、化学工程与工艺、高分子材料、医学、药学、环境科学、生命科学等多个学科学生的必修课程之一,具有很强的实践性,这使其在创新型和应用型人才的培养中具有重要的地位和作用,是有机化学理论课所不能替代的。有机化学实验课既要配合有机化学理论课的教学,又要有相对的独立性和系统性,应注意利用现代实验仪器和物理技术,充实有机化学实验中的现代内容;及时纳入科研成果,不断提高有机化学实验教学水平。本书在编写中以医学、药学、化工类等有机化学课程教学大纲的基本要求为依据,结合了各专业授课对象的特点,可供以医学、药学、化工、生命科学为主的综合性高等院校各专业本专科生使用,也可供其他有关院校及科技工作者参考。

本书采用中华人民共和国国家标准 GB 3100~3102—93《量和单位》所规定的符号和单位;化学名词采用全国自然科学名词审定委员会公布的《化学名词》所推荐的名称。

全书包括六部分,共编著 47 个实验以供不同专业教学选用。本书由张昌军、陈震主编,负责指导、统稿、校订工作,参编人员有王玉民(第五篇)、朱焰(第三篇)、李启清(第四篇)、张昌军(第二篇)、陈震(第五篇)、林晓辉(第一篇)、姜洪丽(第四篇)、曹晓群(附录)、葛燕青(第二篇)。

本书在编写中以泰山医学院使用多年的自编教材《有机化学实验》为基础,贯彻“厚基础、宽专业、大综合”的教学理念,参考了有关高校的有机化学实验教材及网络课程资源;吸收了一些科技前沿内容;设置了与日常生活关系紧密的实验,增加了趣味性;强调基础知识、基本理论、基本技能的学习,为后继课程的学习奠定坚实的基础。所列实验经过反复改进完善,历届学生和众多老师也从事了实验的验证。本书在编写过程中还得到了泰山医学院各位领导和有关教师的关心和支持,在此一并表示衷心感谢。

由于时间仓促和水平有限,遗漏和不妥之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

编者

2012 年 10 月

目 录

第一篇 有机化学实验的一般知识	1
一、有机化学实验的学习方法.....	1
二、有机化学实验的安全知识.....	5
三、有机化学实验常用玻璃仪器及设备.....	9
四、有机化学实验的实施方法	14
五、重要专业文献简介	17
第二篇 有机化学基本操作实验	20
一、有机化合物物理常数测定	20
实验一 熔点测定及温度计校正	20
实验二 沸点的测定	23
实验三 折射率的测定	24
实验四 旋光度的测定	27
二、固体有机物的提纯方法	30
实验五 重结晶	31
实验六 升华	34
三、溶液的分离与提纯	36
实验七 蒸馏及沸点的测定	37
实验八 分馏	39
实验九 减压蒸馏	41
实验十 水蒸气蒸馏	43
实验十一 萃取	45
四、色谱分离技术	48
实验十二 柱色谱	48
实验十三 薄层色谱	51
实验十四 纸色谱	53
实验十五 气相色谱	54
实验十六 高压液相色谱	55
五、有机波谱学分析技术介绍	56
六、有机化合物分子结构认识	61
实验十七 分子模型作业	61
第三篇 天然产物的提取实验	64
实验十八 从茶叶中提取咖啡因	64
实验十九 从黑胡椒中提取胡椒碱	66
实验二十 从橙皮中提取柠檬烯	67
实验二十一 从黄连中提取黄连素	69

实验二十二 从槐花米中提取芦丁	71
实验二十三 油脂的提取和油脂的性质	72
第四篇 有机化合物的性质实验	75
一、性质实验目的	75
二、实验原理	75
三、仪器与试剂	82
四、鉴别实验	82
实验二十四 有机化合物元素定性分析	86
实验二十五 醇、酚、醛和酮的化学性质	89
实验二十六 羧酸、羧酸衍生物及取代羧酸的化学性质	92
实验二十七 糖的化学性质	94
第五篇 有机合成实验	97
实验二十八 溴乙烷的制备	97
实验二十九 1-溴丁烷制备	99
实验三十 乙酸乙酯的制备	100
实验三十一 乙酸正丁酯的合成	102
实验三十二 乙酰水杨酸的制备	104
实验三十三 乙酰苯胺的制备	106
实验三十四 对二叔丁基苯的制备	107
实验三十五 对甲苯磺酸的制备	108
实验三十六 间硝基苯酚的制备	109
实验三十七 甲基橙的制备	111
实验三十八 苯甲醇和苯甲酸的制备	112
实验三十九 肉桂酸的合成	114
实验四十 香豆素的合成	115
实验四十一 妥拉唑啉的合成	116
实验四十二 乙酰乙酸乙酯的制备	118
第六篇 综合性、设计性实验	120
实验四十三 透明皂的制备	120
实验四十四 八甲基四氧杂夸特烯的合成	121
实验四十五 (±)-苯乙醇酸的合成及拆分	123
实验四十六 局部麻醉剂——对氨基苯甲酸乙酯的制备	125
实验四十七 设计性实验	128
附录	130
附录一 常用试剂的配制	130
附录二 常用有机化合物的物理常数	132
附录三 常用有机试剂的纯化	133
参考文献	136

第一篇 有机化学实验的一般知识

有机化学实验是化学、化工、材料、生物、海洋、医学、环境科学各专业学生必修的一门独立实验课，其主要目的是培养学生掌握有机化学实验的基本操作技能及实验规律，掌握正确选择有机化合物的合成、分离提纯及分析鉴定的方法，加深学生对有机化学基本理论与概念的理解，增强其分析问题、解决问题的能力。通过实验教学，发挥学生的主动性，有计划、有步骤地使学生在实验中得到科学思维的训练，培养学生勤奋学习、求真、求实的优良品德和科学精神，及独立思考、独立操作的能力。

一、有机化学实验的学习方法

有机化学实验是一门理论联系实际的综合性较强的课程，对培养学生独立工作能力具有重要作用。实验前的预习、实验操作和实验报告是安全、高效地完成有机化学实验的三个重要环节。

1. 实验预习

实验预习是做好实验的第一步，应首先认真阅读实验教材及相关参考资料，做到实验目的明确、实验原理清楚、熟悉实验内容和实验方法、牢记实验条件和实验中有关的注意事项。

在此基础上，简明、扼要地写出预习笔记。预习笔记应包括以下内容。

- (1) 实验目的、要求；
- (2) 反应原理，可用反应式写出主反应及主要副反应，并简述反应机理；
- (3) 查阅并列出主要试剂和产物的物化常数及性质，试剂的规格、用量；
- (4) 画出主要反应装置图，简述实验步骤及操作原理；
- (5) 做合成实验时，应写出粗产物纯化的流程图；
- (6) 针对实验中可能出现的问题，特别是安全问题，要写出防范措施和解决方法。

2. 实验操作及注意事项

实验是培养独立工作和思维能力的重要环节，必须认真、独立地完成。

(1) 按时进入实验室，认真听取指导教师讲解实验、回答问题。疑难问题要及时提出，并在教师指导下做好实验准备工作。

(2) 实验仪器和装置装配完毕，须经指导教师检查同意后方可接通电源进行实验。实验操作及仪器的使用要严格按照操作规程进行。

(3) 实验过程中要精力集中，仔细观察实验现象，实事求是地记录实验数据，积极思考，发现异常现象应仔细查明原因，或请教指导教师帮助分析处理。实验记录是科学研究的第一手资料，实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此，必须对实验的全过程进行仔细观察和记录，特别对如下内容要及时并如实记录：①加入原料的量、顺序、颜色；②随温度的升高，反应液颜色的变化、有无沉淀及气体出现；③产品的量、颜色、熔点、沸点和折射率等数据。记录时，要与操作一一对应，内容要简明准确，书写清楚。

(4) 实验中应保持良好的秩序。不迟到、不早退, 不大声喧哗、不打闹, 不随便走动, 不乱拿仪器药品, 爱护公共财物, 保持实验室的卫生。实验记录和实验结果必须经教师审查, 经教师同意方可离开实验室。

3. 实验记录

每个学生都必须准备一本实验记录本, 并编上页码, 不能用活页本或零星纸张代替。不准撕下记录本的任何一页。如果写错了, 可以用笔勾掉, 但不得涂抹或用橡皮擦掉。文字要简练明确, 书写整齐, 字迹清楚。写好实验记录是从事科学实验的一项重要训练。

在实验过程中, 实验者必须养成一边进行实验一边直接在记录本上作记录的习惯, 不允许事后凭记忆补写, 或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括实验的全部过程, 如加入药品的数量, 仪器装置, 每一步操作的时间、内容和所观察到的现象(包括温度、颜色、体积或质量的数据等)。记录要求实事求是, 准确反映真实的情况, 特别是当观察到的现象和预期的不同, 以及操作步骤与教材规定的不一致时, 要按照实际情况记录清楚, 以便作为总结讨论的依据。其他各项, 如实验过程中一些准备工作、现象解释、称量数据, 以及其他备忘事项, 可以记在备注栏内。应该牢记, 实验记录是原始资料, 科学工作者必须重视。

(1) 试剂的过量百分数、理论产量和产率的计算

在进行一个合成实验时, 通常并不是完全按照反应方程式所要求的比例投入各原料, 而是增加某原料的用量。究竟过量使用哪一种物质, 则要根据其价格是否低廉、反应完成后是否容易去除或回收、能否引起副反应等情况来决定。

在计算时, 首先要根据反应方程式找出哪一种原料的相对用量最少, 以它为基准计算其他原料的过量百分数。产物的理论产量是假定这个作为基准的原料全部转变为产物时所得到的产量。由于有机反应常常不能进行完全, 有副反应以及操作中的损失, 产物的实际产量总比理论产量低。通常将实际产量与理论产量的百分比称为产率。产率高低是评价一个实验方法以及考核实验者的一个重要指标。

(2) 总结讨论

做完实验以后, 除了整理报告, 写出产物的产量、产率、状态和实际测得的物性, 如沸点、熔程等数据, 以及回答指定的问题, 还要根据实际情况就产物的质量和数量、实验过程中出现的问题等进行讨论, 以总结经验教训。这是把直接的感性认识提高到理性思维的必要步骤, 也是科学实验中不可缺少的一环。

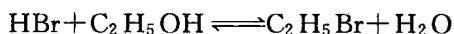
【附】 实验记录示例

实验二 溴乙烷的制备

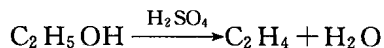
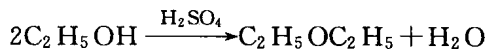
实验目的:

1. 学习从醇制备溴代烷的原理和方法。
2. 学习蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

主反应:



副反应:



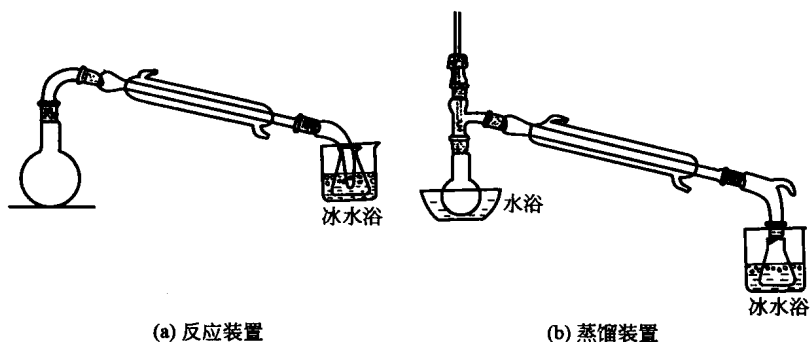
物理常数：

物质名称	相对分子质量	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度/(g/100g 溶剂)
乙醇	46	0.79	-117.3	78.4	水中 ∞
溴化钠	103				水中 79.5(0℃)
硫酸	98	1.83	10.38	340(分解)	水中 ∞
溴乙烷	109	1.46	-118.6	38.4	水中 1.06(0℃), 醇中 ∞
硫酸氢钠	120				水中 50(0℃), 100(100℃)
乙醚	74	0.71	-116	34.6	水中 7.5(20℃), 醇中 ∞
乙烯	28		-169	-103.7	

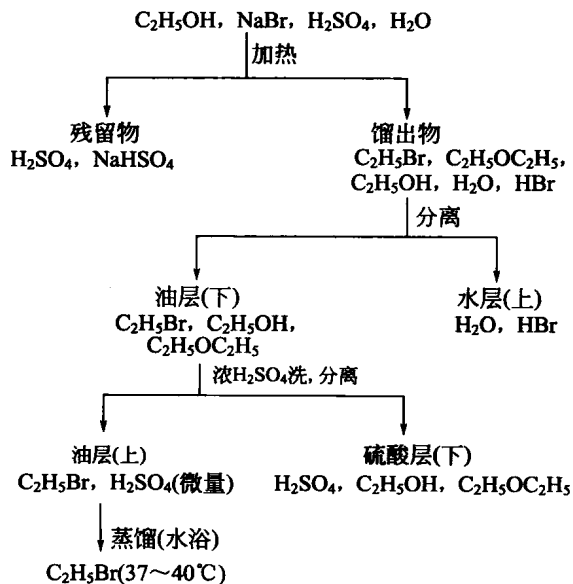
计算：

物质名称	实际用量	理论量	过量	理论产量
59%乙醇	8g	10mL(0.165mol)		
NaBr	13g	(0.126mol)		
浓硫酸(98%)	18mL	(0.32mol)	154%	
C ₂ H ₅ Br		0.126mol		13.7g

仪器装置图：



实验步骤流程：



4 有机化学实验

时间	步 骤	现 象	备 注
8:30	安装反应装置[图(a)]		接收器中盛 20mL 水,用冰水冷却
8:45	在烧瓶中加入 13g,溴化钠,然后加入 9mL 水,振荡使溶解	固体成碎粒状,未全溶	
8:55	再加入 10mL 95%乙醇,混合均匀		
9:00	振荡下逐渐滴加 19mL 浓硫酸,同时用水浴冷却	放热	
9:10	加入三粒沸石开始加热		
9:20		出现大量细泡沫	
9:25		冷凝管中有馏出液,乳白色油状物沉在水底	
10:15		固体消失	
10:25	停止加热	馏出液中已无油滴	用试管盛少量水试验
		瓶中残留物冷却成无色晶体	是 NaHSO_4
10:30	用分液漏斗分出油层		油层 8mL
10:35	油层用冰水冷却,滴加 5mL 浓硫酸,振荡后静置	油层(上)变透明	
10:50	分去下层硫酸		
11:05	安装好蒸馏装置[图(b)]		
11:10	水浴加热,蒸馏油层		接收瓶 53.0g
11:18	开始有馏出液	38℃	接收瓶+溴乙烷 63.0g
11:33	蒸完	39.5℃	溴乙烷 10.0g

产物:溴乙烷,无色透明液体,沸程 38.0~39.5℃,产量 10g,产率 73.0%。

讨论:本次实验的产物产量和质量基本上合格。加浓硫酸洗涤时发热,表明粗产物中乙醚、乙醇或水分过多。这可能是反应时加热太猛,使副反应增加。另外,也可能由于从水分出粗油层时,带了一点水过来。溴乙烷沸点很低,硫酸洗涤时发热使一部分产物挥发损失。

实验记录日期:××××年××月××日

4. 实验报告

学生应独立完成实验报告,并按规定时间送指导教师批阅。实验报告的内容包括实验目的、简明原理(反应式)、实验装置简图(有时可用方块图表示)、简单操作步骤、数据处理和结果讨论。数据处理应有原始数据记录表和计算结果表示表(有时两者可合二为一),计算产率必须列出反应方程式和算式,使写出的报告更加清晰、明了、逻辑性强,便于批阅和留作以后参考。结果讨论应包括对实验现象的分析解释、查阅文献的情况、对实验结果进行定性分析或定量计算、对实验的改进意见和做实验的心得体会等。这是锻炼学生分析问题的重要一环,是使直观的感性认识上升到理性思维的必要步骤,务必认真对待。

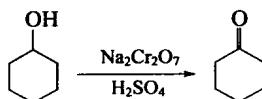
【附】 实验报告范例

环己酮的制备

一、目的与要求

1. 了解环己醇氧化制备环己酮的原理和方法。
2. 通过仲醇转变为酮的实验,进一步了解醇与酮的区别与联系。

二、实验原理(文字简述略)

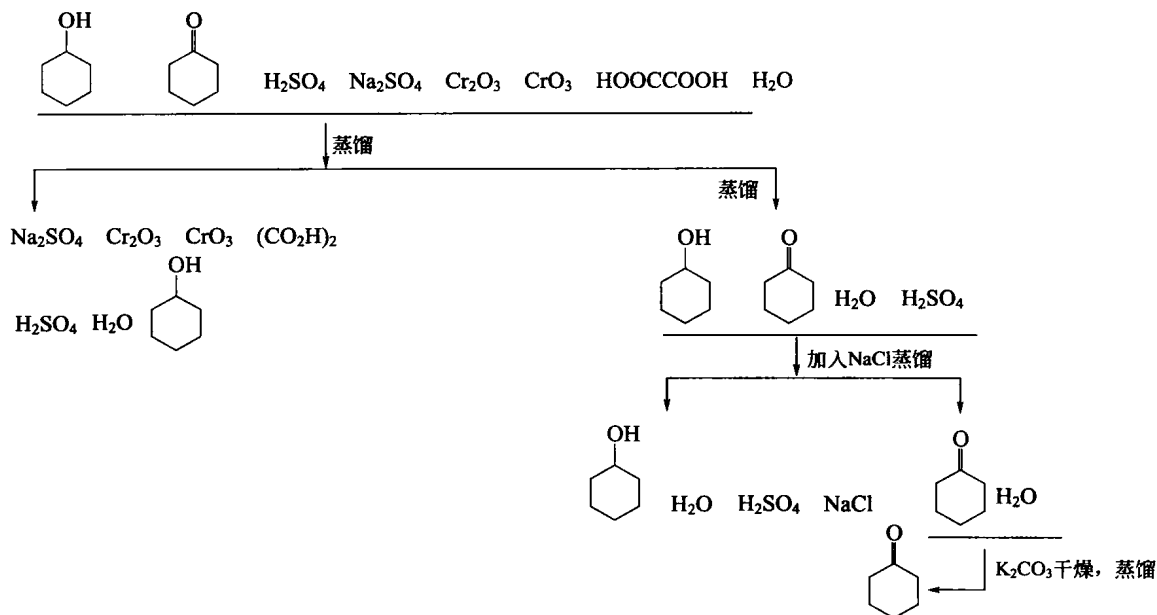


三、仪器与试剂(略)

四、实验步骤, 仪器装置图(略)

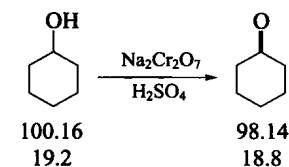
五、现象记录: 如实记录

六、粗产物的提纯过程



七、产量 11.4g

产率 根据反应式:



$$\text{理论产量} = (19.2/100.16) \times 98.14 = 18.8 \text{ (g)}$$

$$\text{产率} = \text{实际产量} / \text{理论产量} = (11.4/18.8) \times 100\% = 60.6\%$$

八、问题讨论(略)

二、有机化学实验的安全知识

在实验中,经常使用有机试剂和溶剂,这些物质大多数易燃、易爆,而且具有一定的毒性。如乙醇、乙醚、丙酮、苯及石油醚等易燃溶剂,氢气、乙炔及苦味酸等易爆的气体 and 药品,氰化物、硝基苯、有机磷化物及有机卤化物等有毒试剂,苛性钠、苛性钾、溴及浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、苯酚等腐蚀性药品,如使用不当,则可能发生着火、爆炸、中毒、烧伤等事故。而且,有机实验所用仪器多为玻璃制品,如不注意,不但会损坏仪器,还会造成

割伤。因此,进行有机化学实验,必须十分注意安全。

事故的发生,往往是不熟悉药品和仪器性能、违反操作规程和麻痹大意所致。只要做好实验预习,严格操作规程,坚守岗位,集中精力,事故是完全可以避免的。

1. 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课的教学质量,确保每堂课都能安全、有效、正常地进行,学生必须遵守以下规则。

(1) 在进入有机实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前,认真预习该实验内容,明确实验目的及要掌握的操作技能。了解实验步骤、所用药品的性能及相关的安全问题。写出实验预习报告。

(2) 实验课开始后,先认真听指导教师讲解实验,然后严格按照操作规程安装好实验装置,经老师检查合格后方可进行下一步操作。

(3) 药品的称量在老师指定的地方(一般在通风橱内)进行,称取完后,要及时将试剂瓶的盖子盖好,并将台秤和药品台擦净。不许将药品瓶拿至自己的实验台称取。

(4) 实验过程中要仔细观察实验现象,认真及时地做好记录,同学间可就实验现象进行研讨,但不许谈论与实验无关的问题。不经老师许可,不能离岗。不能听随身听、开呼机及手机。严禁吸烟、吃东西。增强环保意识,遵守环保规定,不得随意排放“三废”,实验室内保持通风良好,尽可能做到洁净明亮、清新和舒适。师生均应培养“绿色化学”和“绿色化学实验室”的意识。固液体废物分别放在指定的垃圾盒中,不许扔、倒在水池中。

(5) 实验完毕后,把实验记录交老师审阅,由老师登记实验结果。将产品回收指定瓶中。然后洗净自己所用的仪器并锁好。公用仪器放在指定的位置。把自己的卫生区清理干净后,经老师许可方可离开实验室。

(6) 每天的值日生负责实验室的整体卫生(水池、通风橱、台面、地面)、废液的处理、水电安全。经老师检查合格后,方可离去。

2. 防火常识

有机实验中所用的溶剂大多是易燃的,故着火是最可能发生的事故之一。引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂、加热方法不正确等。为了防止着火,实验中必须注意以下几点。

(1) 不能用敞口容器(如烧杯)加热和放置易燃、易挥发的化学试剂。应根据实验要求和物质的特性选择正确的加热方法,如对沸点低于 80°C 的液体,在蒸馏时,应采用间接加热法(如水浴),而不能直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出。

(3) 易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中,应专门回收处理。

(4) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 使用油浴加热时必须避免冷凝水溅入油中。

(6) 不得把燃着或带火星的火柴乱扔,或直接丢入垃圾桶。

3. 灭火常识

一旦发生着火,应及时采取正确的措施,控制事故的扩大。首先,立即熄灭其他火源,切断电源,移走易燃物。然后根据易燃物的性质和火势,采取适当的方法扑救。

火情及灭火方法简介如下。

第一种 烧瓶内反应物着火时,用石棉布盖住瓶口,火即熄。

第二种 地面或桌面着火时,若火势不大,可用淋湿的抹布或沙子灭火。

第三种 衣服着火,应就近卧倒,用石棉布把着火部位包起来,或在地上滚动以灭火焰,切忌在实验室内乱跑。

第四种 油类着火,用沙子或碳酸氢钠粉末。

第五种 火势较大应采用灭火器灭火,二氧化碳灭火器是有机实验室最常用的灭火器,灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,使用时一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒!以免冻伤),打开开关,二氧化碳即可喷出。常用灭火器适用范围列于表 1-1。

表 1-1 常用灭火器适用范围

名 称	适 用 范 围
贮压式干粉 BC(ABC)灭火器	扑救可燃液体、易燃气体、电器设备的初起火灾,ABC 型还可以扑救可燃固体的火灾,对人畜无害
四氯化碳灭火器	不宜接触钠,高温产生有毒的光气
贮压轻水泡沫灭火器	可扑救可燃固体、易燃液体的初起火灾,后处理麻烦
二氧化碳灭火器	适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火,后处理简单

不管用哪一种灭火器,都是从火的周围向中心扑灭。

需要注意的是,水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火,因为一般有机物都比水轻,泼水后,火不但不熄,反而漂浮在水面燃烧,随水流蔓延;水也不能用于电器起火。

第六种 如火势不易控制,应立即拨打火警电话 119!

4. 防爆

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有以下三种情况。

第一种 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时就具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气压达到某一极限时,遇到明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气的相对密度都较空气大,会沿着桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸内,更不能用敞口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限见表 1-2,常用易燃气体的爆炸极限见表 1-3。

表 1-2 常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限

名 称	沸点/℃	闪点/℃	爆炸极限(体积分数)/%
乙醚	34.5	-45	1.85~36.50
丙酮	56.2	-17	2.55~12.80
苯	80.1	-11	1.41~7.10
乙醇	78.5	12	3.28~18.95
正己烷	68.9	22	1.20~7.00
甲醇	65.0	11	6.72~36.50

表 1-3 常用易燃气体的爆炸极限

名 称	爆炸极限(体积分数)/%	名 称	爆炸极限(体积分数)/%
氢气	4.1~74.2	甲烷	4.5~13.1
一氧化碳	12.5~74.2	乙炔	3.0~82
氨气	15~27	环氧乙烷	3~100

第二种 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受

到碰撞时均易发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

第三种 仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点。

(1) 使用易燃易爆物品时,应严格按照操作规程操作,要特别小心,切勿使易燃易爆气体接近火源,有机溶剂如乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混时极为危险。

(2) 反应过于剧烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

(3) 在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。

(4) 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查实验装置是否被堵塞,如发现堵塞应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续加热或反应。

(5) 减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

(6) 对于易爆炸的固体,如金属炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击。对这类实验残渣应及时小心销毁,如金属炔化物可用浓盐酸或硝酸使其分解,重氮化合物可加水煮沸分解等。

5. 中毒的预防及处理

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人造成危害。因此,预防中毒应做到以下几点。

(1) 实验前要了解药品性能,称量时应使用工具、戴乳胶手套,尽量在通风橱中进行,特别注意的是勿使有毒药品触及五官和伤口处。

(2) 反应过程中可能生成有毒气体的实验应加气体吸收装置,并将尾气导至室外。

(3) 用完有毒药品或实验完毕,要用肥皂将手洗净。

假如已发生中毒,应按如下方法处理。

(1) 溅入口中尚未咽下者 应立即吐出,用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医院救治。

(2) 腐蚀性毒物中毒 对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋清;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋清。不论酸或碱中毒均再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

(3) 刺激剂及神经性毒物中毒 先给牛奶或鸡蛋清使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(约30g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院救治。

(4) 吸入气体中毒者 将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

6. 灼伤的预防及处理

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,应戴好防护手套和眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理。

(1) 被碱灼伤时 先用大量水冲洗,再用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏;

(2) 被酸灼伤时 先用大量水冲洗, 然后用 1%~2% 碳酸氢钠溶液冲洗, 最后涂上油膏。

(3) 被溴灼伤时 应立即用大量水冲洗, 再用酒精擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色, 然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩;

(4) 被热水烫伤时 一般在患处涂上红花油, 然后擦烫伤膏;

(5) 被金属钠灼伤时 可见的小块用镊子移走, 再用乙醇擦洗, 然后用水冲洗, 最后涂上烫伤膏;

(6) 以上这些物质一旦溅入眼睛中 (金属钠除外), 应立即用大量水冲洗, 并及时去医院治疗。

7. 割伤的预防及处理

有机实验中主要使用玻璃仪器。使用时, 最基本的原则是不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。具体操作要注意以下两点。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时, 用力处不要离塞子太远。

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利, 使用时, 要将断口处用火烧至熔化, 或用小锉刀使其成圆滑状。

发生割伤后, 应先将伤口处的玻璃碎片取出, 再用生理盐水将伤口洗净, 轻伤可用“创可贴”, 伤口较大时, 用纱布包好伤口送医院。若割破静(动)脉血管, 流血不止时, 应先止血。具体方法是: 在伤口上方 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住, 尽快送医院救治。

为处理以上事故需要, 实验室应常备以下急救物品。

(1) 医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、烫伤膏、硼酸溶液 (1g/L)、碳酸氢钠溶液 (1g/L)、硫代硫酸钠溶液 (2g/L) 等。

(2) 医用镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等。

8. 水电安全

同学进入实验室后, 应首先了解水电开关及总闸的位置在何处, 而且要掌握它们的使用方法。如实验开始时, 应先缓缓接通冷凝水 (水量要小), 再接通电源打开电热包, 但决不能用湿手或手握湿物去插(或拔)插头。使用电器前, 应检查线路连接是否正确, 电器内外要保持干燥, 不能有水或其他溶剂。实验做完后, 应先关掉电源, 再去拔插头, 而后关冷凝水。值日生在做完值日后, 要关掉所有的水闸及总电闸。

9. 废物的处理

(1) 废液的处理 废液要回收到指定的回收瓶或废液缸中集中处理;

(2) 废弃固体物的处理 对于任何废弃固体物 (如沸石、棉花、镁屑等) 都不能倒入水池中, 而要倒入老师指定的固体垃圾盒中, 最后由值日生在老师的指导下统一处理;

(3) 对易燃易爆的废弃物 (如金属钠) 应由教师处理, 学生切不可自主处理。

三、有机化学实验常用玻璃仪器及设备

在进行有机化学实验时, 所用的仪器有玻璃仪器、金属用具、电学仪器及其他一些仪器设备。了解实验所用仪器及设备的性能、正确的使用方法和如何保养, 是对每一个实验者的最起码的要求。下面将分类进行介绍。

1. 玻璃仪器



图 1-1 玻璃仪器

2. 玻璃仪器的有关知识

玻璃仪器一般是由软质玻璃和硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差，但是价格便宜。一般用它制作的仪器均不耐温，如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性，制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用，如烧瓶、烧

杯、冷凝器等。

玻璃仪器一般又分为普通口和标准磨口两种。实验室常用的普通玻璃仪器有非磨口锥形瓶、烧杯、普通漏斗、分液漏斗等。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝器、接收管等。

标准磨口仪器根据磨口口径分为 10、14、19、24、29、34、40、50 等号。相同编号的子口和母口可以连接。当用不同编号的子口和母口连接时，中间可以用一个大小口接头。当使用 14/30 这种编号时，表明仪器的口径是 14mm，磨口长度是 30mm。学生使用的常量仪器一般是 14、19 和 24 号的磨口仪器，微型实验中采用 10 号磨口仪器。

3. 使用玻璃仪器时注意事项

- (1) 使用时，应轻拿轻放。
- (2) 不能用明火直接加热玻璃仪器，用电炉加热时应垫石棉网。
- (3) 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器，如普通漏斗、量筒、吸滤瓶等。
- (4) 玻璃仪器使用完后，应及时清洗干净。特别是标准磨口仪器放置时间太久，容易黏结在一起很难拆开。如果发生此情况，可用热水煮黏结处或用热风吹磨口处，使其膨胀而脱落，还可使用木槌轻轻敲打黏结处。玻璃仪器最好自然晾干。
- (5) 带旋塞或具塞的仪器清洗后，应在塞子和磨口接触处夹放纸片或涂抹凡士林，以防黏结。
- (6) 标准磨口仪器处要干净，不能粘有固体物质。清洗时，应避免用去污粉擦洗磨口。否则会使磨口连接不紧密，甚至会损坏磨口。
- (7) 仪器安装时应做到横平竖直，磨口连接处不应受到歪斜的应力，以免仪器破裂。
- (8) 一般使用时，磨口处无需涂润滑剂，以免粘有反应物或产物。但是反应中使用强碱时则要涂润滑剂，以免磨口连接处因腐蚀而黏结在一起，无法拆开。当减压蒸馏时，应在磨口连接处涂润滑剂（真空脂），保证装置密封性好。
- (9) 用温度计时应注意，不要用冷水洗热的温度计，以免炸裂，尤其是水银球部位，应冷却至室温后再冲洗。不能用温度计搅拌液体或固体物质，以免损坏。
- (10) 温度计打碎后，要把硫黄粉洒在水银球上，然后汇集在一起处理，不能将水银球冲到下水道中。

4. 仪器的选择

有机化学实验的各种反应装置都是一件件玻璃仪器组装而成的，实验中应根据要求选择合适的仪器。一般选择仪器的原则如下。

- (1) 烧瓶的选择 根据液体的体积而定，一般液体的体积应占容器体积的 $1/3 \sim 2/3$ ，进行减压蒸馏和水蒸气蒸馏时，液体体积不应超过烧瓶容积的 $1/2$ 。
- (2) 冷凝管的选择 一般情况下，回流用球形冷凝管，蒸馏用直形冷凝管。当蒸馏温度超过 140°C 时，可改用空气冷凝管，以防温差较大时，直形冷凝管受热不均匀而炸裂。
- (3) 温度计的选择 实验室一般备有 100°C 、 200°C 、 300°C 三种温度计，根据所测温度可选用不同的温度计。一般选用的温度计要比被测温度高 $10 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 。

5. 常用的常量反应装置

在有机实验中，安装好实验装置是做好实验的基本保证。反应装置一般根据实验要求组合。常用的反应装置介绍如下。

- (1) 回流装置 在实验中，有些反应和重结晶样品的溶解往往需要煮沸一段时间。为了