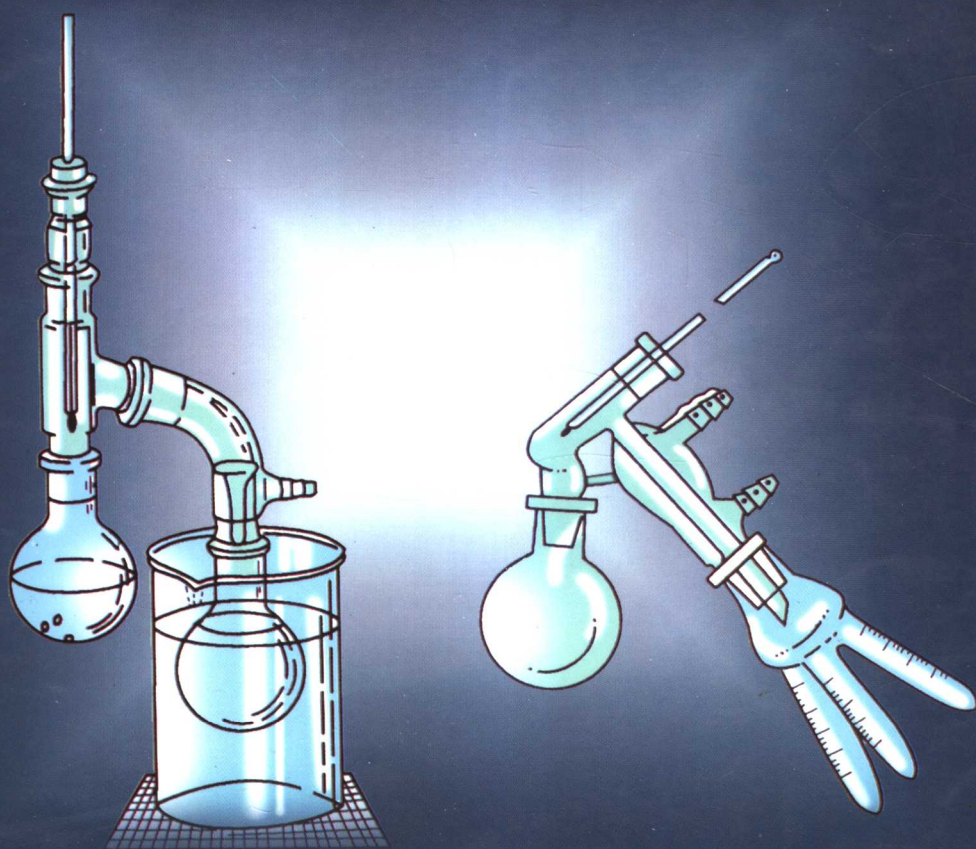


Ji Chu You Ji Hua Xue Shi Yan

基础有机化学实验

李楠 张曙生 主编



中国农业大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

基础有机化学实验/李楠, 张曙生主编. —北京: 中国农业大学出版社, 2002.2
ISBN 7-81066-428-X/O·19

I. 基… II. ①李…②张… III. 基础有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2001) 第 095528 号

出版 中国农业大学出版社
发行 新华书店
经销 新华书店
印刷 北京鑫丰华彩印有限公司
版次 2002 年 2 月第 1 版
印次 2002 年 2 月第 1 次印刷
开本 16 印张 9 千字 230
规格 787×1 092
印数 1~5 000
定价: 9.50 元

图书如有质量问题本社负责调换

社址 北京市海淀区圆明园西路 2 号 邮政编码 100094
电话 010-62892633 网址 www.cau.edu.cn

主 编 李 楠 张曙生

参编人员 刘吉平 侯士聪 肖玉梅

董燕红 吴燕华

前 言

本实验教材是为农业院校生命科学类专业有机化学实验课程而编写的。在 1998 年编写的试用教材基础上,对实验内容进行了调整。部分选定的实验在预做后,对操作步骤、化学试剂用量、实验条件等方面都做了更合理的修改。

本实验所选内容除了包括学生在实验课上要做的基本实验操作、有机化合物物理常数测定、有机化合物制备实验、天然有机化合物分离提取、溶剂处理等实验以外,为展宽学生的有机化学实验眼界,迎合当前实验改革和环境保护的潮流,还增加了“微型”和“小量化”实验简介;为了便于学生及时获得某些有机化合物物理性质的信息,附录部分增加了部分常用有机化合物的物理常数表;我们还初步尝试增加了常见实验仪器和实验专用语的中英文对照表等。

基本操作实验选编了有机化学实验中所有常用的实验操作,涉及了绝大部分常用的有机化学实验仪器。该部分的实验训练应使学生比较全面地掌握基本化学实验技能,能够在以后的专业课和科研工作中有效地运用这些实验技能。

制备实验是使学生在基本操作实验基础上学会综合运用这些实验手段,因此是一种全面训练。制备实验内容的选择是兼顾了基本操作类型、产物官能团类型、化学反应类型等因素而加以确定的。

由于农业院校的学生研究的主要对象是天然产物,因此本书选编了部分天然物中有效化学成分的分、提取实验。

本书收入了各类官能团的鉴定方法。

本书实验中的试剂用量尚未达到“微型化”,但部分实验的试剂用量已达到或接近“小量化”,所有实验试剂都比常量化的通常用量减少 $1/3 \sim 1/2$ 。对部分仪器、设备也进行了改造。

本书为实验教学改革产物,必然还存在错误与不妥之处,希望读者随时指出,便于我们修改,使之完善。

李 楠

2002 年 1 月

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识	(1)
一、有机化学实验的目的.....	(1)
二、有机化学实验室规则.....	(1)
三、有机化学实验室的安全知识.....	(1)
四、有机化学实验常用的仪器和装置.....	(4)
五、玻璃仪器的装配.....	(5)
六、常用玻璃仪器的洗涤和保养.....	(7)
七、实验预习、实验记录和实验报告的基本要求.....	(8)
第二部分 基本操作	(10)
一、加热与冷却	(10)
二、搅拌	(12)
第三部分 有机化合物分离与纯化技术	(13)
一、蒸馏	(13)
实验一 蒸馏及沸点测定(常量法)	(16)
二、分馏	(17)
实验二 分馏	(18)
三、减压蒸馏	(20)
实验三 减压蒸馏	(21)
四、水蒸气蒸馏	(22)
实验四 水蒸气蒸馏	(24)
五、重结晶	(25)
实验五 重结晶	(28)
六、萃取	(29)
七、干燥	(32)
八、升华	(34)
九、色谱法	(35)
实验六 柱色谱	(38)
实验七 纸色谱	(40)
实验八 薄层色谱	(42)
第四部分 有机化合物的物理常数测定	(47)
一、熔点测定	(47)
实验九 熔点测定	(48)
二、沸点测定	(50)
实验十 沸点测定(微量法)	(50)

三、液体有机化合物折射率的测定	(51)
实验十一 折射率的测定	(52)
四、有机化合物旋光度的测定	(53)
实验十二 旋光度的测定	(54)
第五部分 有机化合物的制备实验	(56)
一、烯烃的制备	(57)
实验十三 环己烯的制备——醇的分子内脱水	(57)
二、芳香族化合物的硝化	(58)
实验十四 对硝基苯酚与邻硝基苯酚的制备——芳环上的亲电取代 反应	(59)
三、卤代烃的制备	(60)
实验十五 溴乙烷的制备——醇的亲核取代	(60)
实验十六 1-溴丁烷的制备——醇的亲核取代	(62)
四、醇的制备	(63)
实验十七 3-己醇的制备——醛与格氏试剂的加成、水解	(63)
实验十八 三苯甲醇的制备——酮与格氏试剂加成、水解	(64)
实验十九 1-苯乙醇的制备——酮的还原	(66)
五、醚的制备	(67)
实验二十 β -萘乙醚(定香剂)的合成——卤代烃的亲核取代 (Williamson 缩合反应)	(67)
六、醛、酮的制备	(68)
实验二十一 正丁醛的制备——伯醇的氧化	(68)
实验二十二 丙酮的制备——仲醇的氧化	(69)
实验二十三 苄叉丙酮(4-苯基-3-丁烯-2-酮)的制备——羰基化合物 的羟醛缩合反应	(70)
实验二十四 双苄叉丙酮(1, 5-二苯基-1, 4-戊二烯-3-酮)的制备—— 羰基化合物的羟醛缩合反应	(71)
实验二十五 4-苯基-2-丁酮的制备——乙酰乙酸乙酯的取代与分解 反应	(72)
实验二十六 苯乙酮的制备——苯环的付氏酰基化反应	(73)
七、羧酸及羧酸衍生物的制备	(75)
实验二十七 醋酸的制备——伯醇的氧化	(75)
实验二十八 乙酰水杨酸的制备——酚的酯化反应	(76)
实验二十九 乙酸乙酯的制备——醇的酯化反应	(77)
实验三十 乙酰苯胺的制备——胺的乙酰化反应	(78)
实验三十一 乙酰乙酸乙酯的制备——Claisen 酯缩合反应	(80)
八、偶氮化合物的制备	(81)
实验三十二 甲基橙的制备——重氮化反应与偶合反应	(82)
第六部分 溶剂处理	(84)

实验三十三 无水乙醇的制备	(84)
实验三十四 绝对乙醇的制备	(85)
第七部分 天然物中有效成分的提取	(86)
实验三十五 从茶叶中提取咖啡因	(86)
实验三十六 从黄连中提取黄连素(小檗碱)	(87)
实验三十七 从丁香中提取丁香酚	(88)
第八部分 有机化合物官能团的鉴定	(90)
一、双键的鉴定	(90)
二、卤代烃的鉴定	(90)
三、醇的鉴定	(91)
四、酚的鉴定	(91)
五、醚的鉴定	(92)
六、羰基化合物的鉴定	(92)
七、羧酸及其衍生物、取代羧酸的鉴定	(93)
八、胺的鉴定	(94)
九、碳水化合物的鉴定	(94)
十、氨基酸、蛋白质的鉴定	(95)
第九部分 微型与小型实验简介	(97)
一、微型实验举例	(100)
二、小量-半微量实验举例	(103)
第十部分 附录	(105)
一、常用元素相对原子质量表	(105)
二、常用试剂的配制	(105)
三、共沸溶液	(107)
四、常用酸、碱溶液的密度和浓度	(112)
五、常用酸、碱溶液配制	(113)
六、水的蒸气压力表	(114)
七、常用有机试剂的纯化	(114)
八、关于有毒化学药品的知识	(117)
九、某些常见有机化合物的物理常数	(122)
十、压力单位的换算	(131)
十一、有机物质的干燥剂	(131)
十二、部分实验术语英文检索	(131)
参考文献	(133)

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、有机化学实验的目的

有机化学是一门以实验为基础的科学，通过实验不仅能够验证和巩固课堂所学的基本知识，也能使学生掌握基本的实验操作技术，培养严谨的科学态度和作风，为今后的学习和工作打下良好的基础。

通过有机化学实验课的学习应达到以下目的：

- (1) 通过实验掌握有机化学实验的基本操作技能，获得较为全面的训练。
- (2) 通过实验验证、深化并巩固扩大课堂讲授的基本理论和基本知识。
- (3) 通过实验培养正确观察、精密思考和分析、诚实记录的科学态度和良好的工作习惯。

二、有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常进行，培养良好的实验方法，保证实验室的安全，必须遵守有机化学实验室的规则：

- (1) 进入实验室，应严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应报请教师处理。
- (2) 实验进行中应保持安静和遵守纪律。要求精神集中、认真操作、细致观察、积极思考、如实记录。
- (3) 遵从教师的指导，按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。变更实验内容应有教师确认。
- (4) 保持实验室的整洁，污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、玻璃碎片及各种废弃物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缸中。
- (5) 爱护公共仪器和工具，应在指定的地点使用，并保持整洁。要节约水、电、煤气和药品。如有损坏仪器要办理登记换领手续。
- (6) 实验完毕离开实验室时，应把水龙头、电气开关关闭。值日生负责打扫实验室，把废物缸倒净。

三、有机化学实验室的安全知识

有机化学实验所用的药品中许多是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的，所用的仪器大部分是玻璃制品。在有机化学实验室中工作，若粗心大意，就易发生事故，如割伤、烧伤，严

重的可导致火灾、中毒和爆炸等。应该充分认识到有机化学实验室是具有潜在危险的场所，必须非常重视安全问题。实验过程中应严格遵守操作规程，加强安全管理，事故是完全可以避免的。

(一) 实验室的安全守则

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥。在征求指导教师同意之后，才可进行实验。

(2) 实验进行时，不得离开岗位，要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、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安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。

(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进食。实验结束后要细心洗手。

(5) 熟悉安全用具，如灭火器材、沙箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善爱护。安全用具和急救药品不准移作它用。

(二) 实验室的事故预防

1. 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的，应尽可能避免使用明火。防火的基本原则有下列6点注意事项。

(1) 在操作易燃的溶剂时要特别注意：应远离火源；勿将易燃液体放在敞口容器中，如烧杯中直火加热；加热必须在水浴中进行。切勿使容器密闭，否则会造成爆炸。

(2) 蒸馏易燃的有机物时，装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因。若塞子被腐蚀，应立即停止加热，待冷却后，才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器，如广口瓶、烧杯等，而应用小口容器，如三角烧瓶等，必要时使用真空尾接管与磨口三角烧瓶作为接收装置。从蒸馏装置中的冷凝管或尾接管的出口应远离火源，最好用橡皮管引到下水道口或室外。

(3) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意：严禁明火直接加热。

(4) 用油浴加热蒸馏或回流时，必须注意避免由于冷凝水溅入热油浴中致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，或者由于套不紧而漏水。所以在将橡皮管套入冷凝管出入口时要很紧密，开动水阀时也要放慢动作，使水流慢慢通入冷凝管中。

(5) 当处理大量的挥发性的或可燃性液体时，应在通风橱中或在指定地方进行，室内应无火源。

(6) 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，否则会发生危险。

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) 正确安装蒸馏装置，常压蒸馏必须使装置与大气相通，不能造成密闭体系。

(2) 减压蒸馏时, 要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器, 不可用三角烧瓶, 否则可能会导致爆裂。

(3) 切勿使易燃易爆的气体接近火源, 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, 可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(4) 使用乙醚等醚类作为溶剂时, 注意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。

(5) 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。

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, 并向使用毒物的人员提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须做妥善而有效的处理, 不准乱丢。

(2) 有些剧毒物质会渗入皮肤, 接触这些物质时必须戴橡皮手套, 操作后立即洗手, 切勿让毒品沾及五官或伤口。

(3) 在反应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部分直接接触, 不能用湿手或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: 一方面立即熄灭其他火源, 拉开室内总电闸, 搬开易燃物质, 防止火势扩展; 另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火, 通常不能用水, 必须用灭火器、沙、毛毡等。若火势小, 可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。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, 绝不能用嘴吹。

油类着火时, 要用沙或灭火器灭火。也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末, 就能扑灭。

电器着火时, 应切断电源, 然后才用二氧化碳灭火器灭火, 因为这类灭火剂不导电, 不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器灭火, 因为有水能导电, 会使人触电。

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方式和器材, 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, 应先把伤口处的玻璃碎粒取出。若伤势不重, 用双氧水或硼酸水洗净伤口, 涂上碘酒或红汞(注意不能同时并

用!），或涂上万花油，再用纱布包扎；若伤口严重，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，并立即送到医务室就诊。

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，即到医务室就诊，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，最后用水冲洗。

上述急救方法仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重，在急救之后，应速送医院就诊。

(3) 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立即送医务室就诊。

(四) 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) 腐蚀性物质中毒：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。不论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 30 g 溶于一杯水中）催吐，有时也可以用手指伸入喉部催吐后，立即送医院。

(3) 气体吸入中毒：将中毒者移至室外，解开衣领及钮扣，吸入少量氯气和溴气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。

四、有机化学实验常用的仪器和装置

(一) 标准接口玻璃仪器

标准接口玻璃仪器是具有标准内外磨砂接口或磨砂塞的玻璃仪器。磨砂接口尺寸的标准

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,可使用变径磨砂接头连接起来。

使用标准接口玻璃仪器既可免去配橡胶塞子或软木塞子的麻烦手续,又能避免反应物或产物被塞子沾污的危险。标准接口玻璃仪器的磨砂接口密合性可满足较高真空度的要求,对蒸馏尤其减压蒸馏有利,且对于有毒物质或挥发性液体的实验较为安全。

标准接口仪器的每个部件在显著部位会烤印白色标志,表明规格,包括容积和磨口大小,常用的磨口规格有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等,对应的磨口直径如下所示:

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。

(二) 标准接口玻璃仪器简介

有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器,如图 1-1 所示。

(三) 使用标准接口玻璃仪器注意事项

(1) 玻璃仪器的内外磨砂接口应经常保持清洁,使用前宜用软布揩拭干净。但不能沾附上棉絮。

(2) 使用前可在内外磨砂接口表面涂以少量真空油脂或凡士林,以增强磨砂接口的密合性,避免磨面的相互磨损,同时也便于接口的装拆。

(3) 装配时,把外磨口和内磨口轻轻对旋连接,不宜用力过猛。不能装得太紧,只要达到润滑密闭要求即可。

(4) 用后应立即拆卸洗净。否则对接处常会粘牢,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,否则极易造成仪器折断。

五、玻璃仪器的装配

玻璃仪器的装配是否正确,与实验能否顺利进行有很大关系。

(1) 所选用的仪器要恰当。选用圆底烧瓶时,其容积大小应使所盛的反应物占其容积的 $1/2$ 左右,最多也不能超过 $2/3$ 。

(2) 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,从左到右。在拆卸时,按相反的顺序逐个地拆卸。

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

(4) 铁夹的双钳应贴有橡皮或绒布或缠上石棉绳、布条等。否则容易将仪器夹坏。

总之,使用玻璃仪器时,最基本的原则是切忌对玻璃仪器的任何部分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到不舒服,而且也是潜在的危险。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。



图 1-1 常用标准接口玻璃仪器

六、常用玻璃仪器的洗涤和保养

(一) 玻璃器皿的洗涤

实验应该使用清洁的玻璃仪器。实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤，因为污垢的性质在当时是清楚的，用适当的方法进行洗涤容易办到。若日子久了，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，如烧瓶刷、烧杯刷、冷凝管刷等，但用腐蚀性洗液时则不用刷子。洗涤玻璃器皿时不应该使用含硬质砂粒的去污粉，它能擦伤玻璃导致龟裂。若难于洗净时，则可根据污垢的性质采用适当的洗液进行洗涤。

常用的液体洗剂有：

1. 铬酸洗液

这种洗液氧化性很强，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。若壁上粘有少量碳化残渣，可加入少量洗液，浸泡一段时间后在小火上加热，直至冒出气泡，碳化残渣可被除去。但当洗液颜色变绿，则表示失效，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

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。由于有机溶剂价值较高，只有在特殊情况下才使用。

若用于精制或有机分析用的器皿，除用上述方法处理外，还须用蒸馏水刷洗。

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) 玻璃仪器的干燥

有机化学实验经常要使用干燥的玻璃仪器，故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之干燥，以便下次实验时使用。干燥玻璃仪器的方法有下列 3 种：

(1) 自然风干：自然风干是指把已洗净的仪器在干燥架上自然风干，这是常用的和简单的方法。但必须注意，如玻璃仪器洗得不够干净时，水珠便不易流下，干燥就会较为缓慢了。

(2) 烘干：把玻璃器皿顺序从上层往下层放入烘箱烘干。器皿口向上，带有磨破口玻璃塞的仪器，必须取出活塞后，才能烘干，烘箱内的温度保持 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ ，约 0.5 h，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。当烘箱已工作时则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: 有时仪器洗涤后要立即使用, 可用电吹风把仪器吹干。首先将水尽量沥干后, 加入少量丙酮或乙醇摇洗, 倾出溶剂。先通入冷风吹 1~2 min, 待大部溶剂挥发后, 即吹入热风至完全干燥为止, 再吹入冷风使仪器逐渐冷却。

(三) 常用仪器的保养

有机化学实验的各种玻璃仪器的性能不同。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, 避免不必要的损失。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, 容易打破, 使用时要特别小心。不能把温度计当搅拌棒使用, 也不能测定超过温度计的最高刻度的温度。还要注意不能把温度计长时间放在高温溶剂中, 否则会使水银球变形, 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。否则会破裂, 或水银柱断裂。应悬挂在铁座架上, 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。

万一不慎打破了温度计, 一定要收拾干净全部洒落的水银。可以用硫磺粉撒在可能洒落水银的地方, 再用扫帚反复清扫, 最后收拾所有的硫磺粉, 妥善掩埋。

(2) 冷凝管: 冷凝管分为直形冷凝管、蛇形冷凝管和球形冷凝管, 按冷却介质分为水冷冷凝管和空气冷凝管。水介质冷凝管不适用于高温蒸馏用, 一般蒸馏沸点超过 140℃ 的有机物需使用空气冷凝管。

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的重心的地方, 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, 则用塞子塞住一端。不用时, 应直立放置, 使之易干。

(3) 蒸馏烧瓶: 蒸馏烧瓶的侧管与本体是通过烧结连接的, 是整个仪器最脆弱的部位, 使用时要特别注意, 勿使此部位单独受力, 以免折断。

(4) 分液漏斗: 分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂口的, 若非原配的, 就可能不严密, 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, 以免久后难于打开。

(5) 砂芯漏斗: 砂芯漏斗在使用后应即用水冲洗, 否则难于洗净。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, 则用抽滤方法冲洗。

七、实验预习、实验记录和实验报告的基本要求

学生在本课程开始时, 必须认真地阅读本书第一部分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。

1. 预习

为了使实验收到预期的效果, 在实验前要做好充分的预习。预习时除了要求认真阅读实验内容, 领会实验原理, 了解有关实验步骤和注意事项外, 还需拟出预习提纲。基本操作实

实验的预习提纲一般应包括：实验目的、实验原理、基本仪器、操作要点等；制备实验的预习提纲一般应包括：实验目的，主要反应式及主要副反应式，原料、产物和主要副产物的物理常数，基本仪器，图示制备反应过程及产物纯化过程等。

2. 实验记录

实验记录是实验过程的原始记录，必须以严肃认真的态度对待。做好实验记录应注意以下3点：

(1) 使用记录本，编写页数。

(2) 完整记录实验内容，要求记录准确，实事求是，不准弄虚作假。记录内容包括：实验的全过程、试剂用量、仪器装置、反应温度、反应时间、反应现象、产量、产率等。

(3) 实验记录应简捷明了，不仅要自己明白，还要别人能看懂。作为原始记录不得随便涂改。

3. 实验报告

实验报告应包括实验目的、原理和反应式，试剂品种与规格，仪器与装置简图，实验步骤与现象，结论与产率计算、讨论等。实验报告是对实验的描述与总结，不应照抄教材，应对实验内容作概括描述。一般格式有以下两种：

(1) 基本操作实验

实验题目_____ 日期_____

一、实验目的

二、基本原理与仪器装置简图

三、实验内容（操作步骤）

四、讨论

(2) 制备实验

实验题目_____

一、实验目的

二、反应式及反应条件、副反应

三、试剂及仪器装置简图

四、实验步骤及现象记录

五、粗产物纯化过程

六、产率计算

七、讨论

第二部分 基本操作

一、加热与冷却

(一) 热源

加热是有机化学实验的一项基本操作。常用热源有酒精灯(煤气灯)、电炉、电热套等及一些成套加热设备。

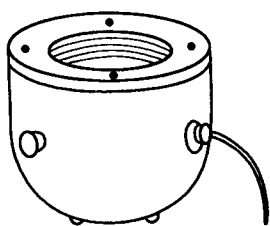


图 2-1 电热套

酒精灯(煤气灯)是明火加热,不准用于易挥发且易燃物的操作中。直接加热(以空气为传热介质)时,火焰上方要设置铁圈、加盖石棉网。

电炉虽无明火,但炽热的电炉丝裸露在外,也不安全。电炉也不宜用于易挥发且易燃物的操作中,使用时也要加盖石棉网。在用电炉加热时配以水浴、油浴、砂浴作为介质加热比直接用电炉加热安全。

电热套功率小,电热丝用玻璃纤维包裹,相对安全。适用于对烧瓶等球形容器直接加热(图 2-1)。

(二) 常用加热方法

1. 空气浴加热

加热温度在 80°C 以上时,原则上均可以用空气浴加热,即传热介质是空气。用明火或用电炉加热时要加盖石棉网,避免容器受热不均匀。加热温度低于 80°C 时不宜用空气浴加热,以免过热。

2. 水浴加热

加热温度不超过 100°C 时,最好用水浴加热。加热时若温度在 90°C 以下时,将容器浸入水中(注意容器勿触及水浴锅底部),用调压器控制加热以保持所需温度。水浴加热的优点是受热均匀。容器内温度一般低于浴温。

若需加热到 90°C 以上时,可使用沸水浴或用水蒸气加热。后一种情况下,容器可不浸于水中。长时间加热时应使用可补水的电热恒温水浴。

市售的单孔或多孔水浴将热源与介质容器结合在一起,使用安全、方便。

3. 油浴加热

加热温度在 $100\sim 250^{\circ}\text{C}$ 之间时用油浴加热。同水浴一样,在油浴中加热,容器受热均匀。油浴可能达到的最高温度取决于所用油的种类。常用油有:

(1) 植物油可达到 220°C , 加入 1% 对苯二酚常可防止油的氧化。长期使用后,油的颜色会发黑。

(2) 石蜡油可达到 220°C , 不氧化, 不分解, 易燃。

(3) 固体石蜡常温下是固体, 加热熔融即可使用。性质同石蜡油相同, 须注意在液体石蜡油冷却前将容器从浴中取出。