

21世纪应用型高等院校示范性实验教材

主 编 程青芳

有机化学实验

YOUJIHUA XUESHIYAN

 南京大学出版社

21世纪应用型高等院校示范性实验教材

有机化学实验

主 编	程青芳	
副主编	李树安	
编 者	王学勤	王 建
	陈 军	王慧彦
	许瑞波	唐丽娟

 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 程青芳主编. —南京: 南京大学出版社, 2006. 9

21 世纪应用型高等院校示范性实验教材

ISBN 7-305-04842-9

I. 有… II. 程… III. 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(2006)第 101833 号

出版者 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮编 210093
网 址 <http://press.nju.edu.cn>
出版人 左 健

丛 书 名 21 世纪应用型高等院校示范性实验教材
书 名 有机化学实验
主 编 程青芳
责任编辑 蔡文彬 编辑热线 025-83685411

照 排 南京玄武湖印刷照排中心
印 刷 南京人民印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 10.5 字数 262 千
版 次 2006 年 9 月第 1 版 2006 年 9 月第 1 次印刷
印 数 1~3 000
ISBN 7-305-04842-9/(C)·388
定 价 18.00 元

发行热线 025-83592169 025-83592317
电子邮件 sales@press.nju.edu.cn(销售部)
nupress1@public1.ptt.js.cn

* 版权所有, 侵权必究

* 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购图书销售部门联系调换

序

进入新世纪,随着社会经济的发展,各行各业对人才的需求呈现出多元化的特点,对应用型人才的需求也显得十分迫切,因此我国高等教育的建设面临着重大的改革.就目前形势看,大多数的理、工科大学,高等职业技术学院,部分本科院校办的二级学院以及近年来部分由专科升格为本科层次的院校,都把办学层次定位在培养应用型人才这个平台上,甚至部分定位在研究型的知名大学,也转为培养应用型人才.

应用型人才是能将理论和实践结合得很好的人才,为此培养应用型人才需理论教学与实践教学并行,尤其要重视实践教学.

针对这一现状及需求,教育部启动了国家级实验教学示范中心的评审,江苏省教育厅高教处下达了《关于启动江苏省高等学校基础课实验教学示范中心建设工作的通知》,形成国家级、省级实验教学示范体系,意在促进优质实验教学资源的整合、优化、共享,着力提高大学生的学习能力、实践能力和创新能力.基础课教学实验室是高等学校重要的实践教学场所,开展高等学校实验教学示范中心建设,是进一步加强教学资源建设,深化实验教学改革,提高教学质量的重要举措.

我们很高兴地看到很多相关高等院校已经行动起来,除了对实验中心的硬件设施进行了调整、添置外,对近几年使用的实验教材也进行了修改和补充,并不断改革创新,使其有利于学生创新能力培养和自主训练.其内容涵盖基本实验、综合设计实验、研究创新实验,同时注重传统实验与现代实验的结合,与科研、工程和社会应用实践密切联系.实验教材的出版是创建实验教学示范中心的重要成果之一.为此南京大学出版社在为“示范中心”出版实验教材方面予以全面配合,并启动“21世纪应用型高等院校示范性实验教材”项目.该系列教材旨在整合、优化实验教学资源,帮助示范中心实现其示范作用,并希望能够为更多的实验中心参考、使用.

教学改革是一个长期的探索过程,该系列实验教材作为一个阶段性成果,提供给同行们评议和作为进一步改革的新起点.希望广大的教师和同学能够给予批评指正.

孙尔康

2006年3月

致 读 者

欢迎你来到有机化学实验室做实验,在这里,你可以感受到理论课上讲到的有机化合物的基本性质,如有机化合物的状态、气味、颜色、结晶形态和反应性质等,体会到课堂上讲授的系统理论和一般规律是如何从实验结果逐步总结出来的。你能学会安装有机制备反应的装置,并学会把一种有机物转化成另外一种有机物的实验技能和技巧,由此培养和训练你的观察能力、计划能力、记忆能力,进而培养你的推理能力和综合分析能力。有机化学实验室是把你的理论知识同实际感知联系起来的场所。

的确,有机化学实验不能传授给你一块“点金石”,把任何东西变成黄金,使你在一夜之间成为财富的主人。可是有机化学,特别是有机实验技术,是一个可以创造奇迹的工具和方法,它能够合成自然界存在的比较复杂的分子如维生素 B_{12} ;也能合成世界上不存在的物质如乙基香兰素,它比自然界已有的香兰素的香气强 3~4 倍;再举一例,用废弃物发酵产生沼气(主要成分为甲烷),甲烷和氯气发生深度氯化反应得到四氯化碳,四氯化碳与金属钠发生武慈(Wurtz)反应生成金刚石;氯化反应和武慈(Wurtz)反应都是同学们十分熟悉的有机化学反应,只要巧妙地应用,就可以化腐朽为神奇。

也许你会说,我毕业后不会从事化学化工职业,可能从政或经商。可以告诉你,不论你从事何种职业,总要遇到问题和解决问题,而处理解决问题的方法往往是相通的。有机化学实验课可以培养你的综合能力,提高你的素质。你可以仔细地阅读本书中的背景材料,有既是化学家又是实业家的狄斯伯格(Carl Duisberg),又有年轻时被人蔑视而后发奋图强的格利雅,也有身兼化学家和政治家的康尼查罗(S. Cannizzaro),他们都是这个行业中成功的典范。也就是说,学习化学或从事化学工作,并不妨碍你今后成为企业家和市长。

同学们在做完实验以后,把从实验中获得支离破碎的信息在头脑中形成感性认识,并同理论课上学到的概念联系起来,经过反复推理,形成理性认识,以便在实践中发挥作用。这些具体的训练方法是通过实验报告和实验思考题的练习进一步得到加强。

书中的文献介绍,可能在有机化学基础实验阶段应用的机会不多,你从文献上获得的物性数据如沸点、熔点、蒸气压、溶解度和制备方法将直接影响你对有机化合物制备方法的设计。那时,你会感觉到文献介绍的重要性。

仔细观察实验中出现的现象、变化,并判断哪些是书上提到的,哪些是书上没有提到的,如果实验做得不是很顺利如收率低、冲料、衣服被烧了洞、打碎了玻璃仪器等,要思考一下为什么,怎样才能避免此类事情的发生。

实事求是有机化学实验训练的最高目标,相信同学们会比教师希望的做得更好,希望有机化学实验会给你带来一生的幸运。

前 言

有机化学是一门实践性很强的学科,有机实验对有机化学的发展起着至关重要的作用.在有机化学各分支学科中具有活力的学科是有机合成化学,因为它是创造新物质的源泉,是改造现有物质的基本方法.现有的 2 000 多万种已知化合物中,绝大多数是化学合成的,每天化学家还会合成出为数众多具有实际应用价值和理论意义的新化合物;新理论和新反应的建立,新机理的提出等也需通过化学合成实验来验证.本教材摒弃“小而全、面面俱到”的编写观念,重点选择了合成实验,通过合成实验的教学,使学生学习到进行有机化学实验的基本知识、基本理论和基本操作技能,并能应用多种实验技术和方法来研究化学反应,掌握化合物的制备、分离、结构鉴定和表征的方法等.

没有人能说出一个人应该做多少个实验才能够掌握有机化学的研究技术与方法.显然,实验做得越多越好,熟能生巧.但这种过于费时耗材的训练不是大学教育的方法.以最短的时间和最少的资料使学生掌握良好的实验技巧和方法,才是现代的教育理念.本书正是本着这个理念,精心选择了有代表性、有典型性的实验 28 个以及必需的有机化学实验方法.在 28 个实验中,兼顾了有机化学近年来发展的新反应、新技术、新的合成方法,如电化学合成、光化学合成、相转移催化反应、催化脱氢、微波辐射技术、新的合成试剂的应用、波谱技术、绿色化学与技术等.我们将这些反映学科发展前沿的实验课题写入教材,使教材体现了先进的学科水平,体现了工程素质和意识的训练.把作者的科学研究的部分转化为学生实验,是本教材的一个特色.实验内容除了基础合成实验外,还有综合实验、多步合成实验和设计实验.教材内容这样选择和安排体现了素质教育和创新能力与实践能力的培养,有利于学生知识、能力、素质的协调发展.

本教材配合实验教学示范中心建设,力图在内容和形式上进行一些新的尝试,使学生能得到更多的训练,获得更多的知识,并能够把各方面的知识综合联系起来,在认识上有一个质的飞跃,以达到培养学生实践能力和创新能力的目标.

考虑到有机化学实验独立设为一门课,考虑一些实验可能在理论讲授还没有讲到的时候已进行的实际情况,教材对实验的背景知识、合成原理、实验步骤等内容的表述和注释尽量详实,背景知识介绍的另外一个作用使实验的内容丰富,具有可读性与启发性.

本书第一章由程青芳编写,第二章由李树安、程青芳、王建共同编写,第三章、第四章、第五章实验部分由李树安、王建、程青芳、陈军、王慧彦和许瑞波老师共同编写,王学勤教授、唐丽娟老师和曾艳霞老师也提供了部分实验内容.全书由程青芳审定、统稿.

本书的内容选取有的是参阅其他教科书编写的,有的是从杂志报道借鉴来的,有的是科研成果转化来的.由于编者的经验和能力有限,所选取的实验有些是移花接木,难免弄巧成拙,敬请各位同仁及学生批评指正.

目 录

第一章 有机化学实验基础知识

§ 1.1 有机实验室的注意事项	1
一、有机化学实验室规则	1
二、有机实验室安全规则	1
三、事故的预防和处理	2
§ 1.2 有机化学实验室常用仪器	5
一、标准磨口仪器	5
二、普通玻璃仪器	8
三、仪器的干燥	8
四、金属用具	10
五、电器和其他设备	10
六、加热器	13
§ 1.3 实验预习、记录和实验报告	15
一、实验预习	15
二、实验记录	15
三、实验报告	16
§ 1.4 有机化学实验的文献指导	18
一、有机化学实验的文献介绍	19
二、有机化学实验文献的评价与应用指导	20
§ 1.5 有机实验学习方法的指导	22
一、有机制备反应	23
二、后处理——分离提纯	24
三、反应产物的结构确认	24

第二章 有机实验的基本操作

§ 2.1 有机制备反应操作的指导	25
一、加热与冷却	25
二、干燥与干燥剂	26
三、溶液的配制	30
四、常用反应装置及操作	31
§ 2.2 有机物的后处理——分离和提纯操作的指导	34
一、液态有机物的分离和提纯	34

二、固态有机物的分离和提纯	45
§ 2.3 有机物结构确认和表征操作的指导	64
一、折射率的测定	64
二、旋光度的测定	66
三、红外光谱	68
四、核磁共振谱	75

第三章 基础实验

实验一 熔点的测定	80
实验二 环己烯的制备	84
实验三 溴乙烷的制备	86
实验四 乙酸乙酯的制备	89
实验五 乙酰苯胺的制备	92
实验六 对甲苯磺酸的制备	95
实验七 苯甲醇和苯甲酸的制备	99
实验八 格利雅反应制备 2-甲基-2-丁醇	102
实验九 苯乙酮的制备	104
实验十 阿司匹林的制备	107
实验十一 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成	108

第四章 选做实验

实验一 柠檬酸三乙酯的制备	112
实验二 对二甲氨基苯甲酸乙酯的合成	114
实验三 肥皂的制备	117
实验四 N,N-二乙基-间-甲基苯甲酰胺的合成	120
实验五 Wittig 反应合成反-1,2-二苯乙烯	122

第五章 设计性、开放性实验

实验一 微波辐射合成肉桂酸	125
实验二 超声合成苯甲酸	127
实验三 硝基苯还原制备苯胺	130
实验四 正丁醇催化脱氢制备正丁醛	133
实验五 氢化肉桂酸的制备(常压催化氢化反应)	135
实验六 1,3-环己二酮的高压合成	139
实验七 2-氨基-1,3-噻唑-5-羧酸甲酯的合成	142
实验八 2-巯基吡啶-N-氧化物钠盐的制备	144
实验九 化学发光剂鲁米诺的制备	146
实验十 多步合成——卡潘酮的合成	149
实验十一 银杏叶中黄酮类化合物的提取	152
实验十二 固定化酵母发酵纤维素制酒精	154

第一章 有机化学实验基础知识

§ 1.1 有机实验室的注意事项

一、有机化学实验室规则

有机实验室是有机化学工作者从事化学实验的场所,实验者为了更好地完成有机化学实验,必须认真遵守有机化学实验室的规则.有机化学实验室规则为:

(1) 每次做实验前,认真预习有关实验的内容及相关的参考资料.写好实验预习报告,方可进入有机实验室进行实验.

(2) 每次实验时,先将仪器搭好,经指导老师检查合格后,方可进行下一步操作.在操作前,要想好每一步操作的目的、意义和实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及应注意的安全问题.

(3) 实验中严格遵守操作规程,如要改变,须经指导老师同意.认真、仔细观察实验现象,如实做好记录.实验完成后,由指导老师登记实验结果,并将产品回收统一保管.课后,按时写出符合要求的实验报告.

(4) 实验中不得大声喧哗,不得擅自离开实验室.不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室.

(5) 保持实验室环境卫生.公用仪器用完后,放回原处,并保持原样;药品取完后,及时将盖子盖好,保持药品台清洁.液体样品一般在通风橱中量取,固体样品一般在称量台上称取.仪器损坏应如实填写破损单.废液应倒在废液桶内(易燃液体除外),固体废物(如沸石、棉花等)应倒在垃圾桶内,千万不要倒在水池中,以免堵塞.

(6) 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,仪器洗、挂、放好,拔掉电源插头.请指导老师检查、签字后方可离开实验室.值日生待做完值日后,再请指导老师检查、签字.

二、有机实验室安全规则

实验是人们进行科学研究和发现自然规律的必要手段.在有机化学实验中,由于实验者要经常接触和使用各种化学试剂和药品,而这些化学试剂和药品多数都是易燃、易爆,或有剧毒性和强腐蚀性,仪器多为玻璃制品.若使用不当,很可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒等事故.为避免事故发生和维护实验室安全,保证实验的顺利进行,使国家财产和实验者人身安全免受损害.实验者除了严格按规定操作外,还必须遵守以下实验室安全规则:

(1) 牢固树立“安全第一”的思想,时刻注意实验室安全,确保教学实验紧张而有序地

进行。

(2) 熟悉实验室安全设施(如灭火器、沙桶、急救箱等)的存放位置和使用方法,实验室的安全用具不得挪作他用。

(3) 实验前应充分预习实验内容,要了解实验中所用原料和试剂的性质及在实验中可能发生的事故,事先采取防范措施。

(4) 进行有危险性的实验时,应使用防护眼镜、面罩、手套等防护用具。

(5) 保持实验室及实验台面整齐清洁,不得将与实验无关的仪器、杂品堆放在实验台上。

(6) 禁止在实验室吸烟、饮水或吃东西,不得在实验进行中看其他书籍、听广播、录音、会客、聊天以及其他与实验无关的活动。

(7) 实验时应认真检查仪器是否完整无损,实验装置是否正确、稳妥,应严格遵守操作规程及实验条件,未经实验指导老师允许不得擅自改变。

(8) 实验时应仔细检查实验设备有无漏气、漏水、漏电情况,注意反应是否正常进行,实验进行中不得随意离开操作位置,如必须暂时离开,应托其他同学帮助照看实验。

(9) 实验完毕应将仪器洗刷干净,放到指定地点,擦净实验台,关好水、电、煤气、压缩气瓶等。

(10) 废酸、废渣、玻璃碎片、废纸、火柴棒等均不得倒入水槽,以免堵塞和腐蚀下水道。

(11) 值日生除负责打扫外,还应当负责当天实验室的安全和整洁的监督。

(12) 最后离开实验室者,应负责检查实验室的水、电、煤气、通风是否关好,关闭好门窗后方可离开。

三、事故的预防和处理

由于操作不当等各种原因,有机实验室不可避免地会发生事故,对事故进行及时的预防与处理是非常必要的。有机实验室的常见事故主要包括火灾、爆炸、有毒气体和液体的中毒、剧毒和强腐蚀试剂的危害以及用电安全不当造成的事故。下面就这些事故的预防和处理作一简单的介绍。

(一) 火灾的预防与处理

预防火灾发生需注意以下几点:

(1) 防火基本原则:使火源尽可能远离易燃品,尽可能避免着火事故的发生。

(2) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。如对沸点低于 80℃ 的液体,在蒸馏时,应采用水浴等间接加热方式,不能直接加热。

(3) 尽量防止或减少易燃气体的外逸。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。

(4) 易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中,可倒入水池用水冲走,但与水发生猛烈反应者除外。

(5) 一旦发生火灾,应沉着、冷静、不要惊慌失措。应立即切断电源,熄灭附近所有火源,迅速移开着火现场周围的易燃物,特别是有机溶剂着火,一般不能用水扑灭,否则会使火焰蔓延,无异于“火上浇油”;小火可用湿布或石棉布盖熄,若火势较大时应根据具体情况采用相应的灭火器材。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准着火点,将上手柄压下,干粉即可喷出。

二氧化碳灭火器也是有机实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。虽然四氯化碳和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能,但四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸。泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染,给后处理带来麻烦。因此,这两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器,都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火时,还可用砂子扑救,但容器内着火不易使用砂子扑救。若衣服着火,应立即用石棉布覆盖着火处。火势较大时,应卧地打滚(速度不要太快)将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。一定要注意避免让火烧向头部,烧伤严重时应立即送医院治疗。

(二) 爆炸的预防与处理

预防爆炸发生需注意以下几点:

- (1) 使用易燃易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。
- (2) 反应过于猛烈时,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,切忌使装置形成密封体系,不能在密闭体系内进行加热或反应。一定要与大气相通,要经常检查反应装置是否被堵。如发现堵塞应立即停止加热或反应,将堵塞排除后再继续加热或反应。
- (5) 回流、蒸馏液体时,应加沸石防止暴沸,但不能向较热的液体中加沸石,同时,减压蒸馏时,应使用耐压容器如圆底烧瓶或抽滤瓶作接收瓶或反应瓶,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器。高压操作应经常注意釜内压力有无超过安全负荷。
- (6) 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。
- (7) 使用易燃、易爆气体(如乙炔和氢气)时,应保持室内空气通畅,严禁明火操作。
- (8) 其他类型的化合物,如过氧化物,叠氮化合物,多硝基化合物,干燥的重氮盐等具有爆炸性,使用时需要严格遵守操作规程。有些化合物,如醚类,久置后会生成过氧化物,需经特殊处理后方能使用。金属钠、氢化铝锂在使用时切勿接触水,否则会发生燃烧,甚至爆炸。

(三) 中毒事故的预防及处理

有机溶剂除易燃、易爆外,其另一特性就是毒性。例如,许多含氯有机物累积于人体内使肝脏变质,引起肝硬化。经常接触苯或芳烃可能会造成白血病。有机溶剂的危险性与浓硫酸的腐蚀性不相上下,但有机溶剂以隐蔽的方式显示其危险性。在明确某些有机物的毒性后,就应该学会预防。在正规、小心的操作下,有机溶剂不会造成任何健康问题。

中毒的预防与处理应注意以下几点:

- (1) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是毒品。做完实验应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。
- (2) 有毒的药品应认真操作,妥善保管,不许乱放,并有专人负责收发。使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风橱中进行或加气体吸收装置,并戴好防护用品。挥发性有毒药品,

使用时最好在通风橱内进行。取完药品后应该及时盖上瓶盖。尽可能避免蒸气外逸,以防造成污染。实验完毕后有毒残渣应妥善处理,不得乱丢。

(3) 应最大限度的减少与有毒药品的接触,尤其是直接接触,使用时应带橡皮手套。切勿让毒品接触伤口。万一发生中毒事故,宜根据具体情况具体分析。

① 皮肤接触 宜用酒精擦洗,然后用肥皂和大量水冲洗。

② 吞下强酸 先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶。

③ 吞下强碱 先饮大量水,然后服用醋酸果汁、鸡蛋白、牛奶。不论酸、碱中毒,都不要吃呕吐剂。

④ 气体中毒 将患者移出室外,解开衣领及钮扣。若吸入少量氯、溴、氯化氢等气体,可用稀的碳酸氢钠溶液漱口。

(4) 如发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送医院。

(四) 割伤和灼伤的预防及处理

1. 割伤

割伤是实验室中经常发生的事故。常在拉制玻璃管或安装仪器时发生。为防止割伤,操作时应注意以下几点:

(1) 有机实验中主要使用玻璃仪器,使用时,不能对玻璃仪器的任何部位施加过大的压力。

(2) 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,如图 1-1 中的(a)和(c)所示。图 1-1 中的(b)和(d)的操作是不正确的。尤其是插入温度计时,要特别小心。

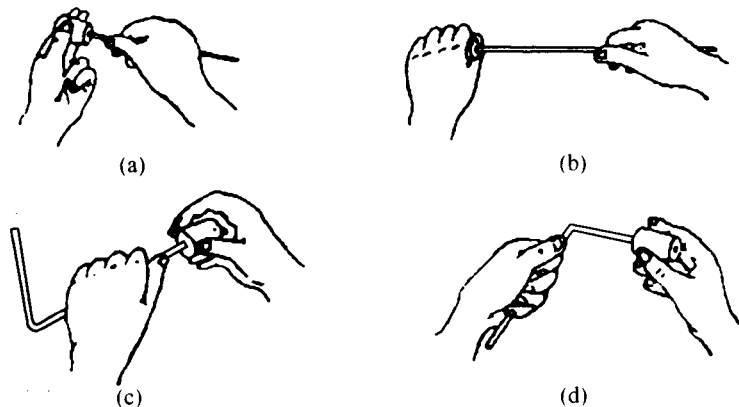


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

(3) 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,使其成圆滑状。

(4) 当割伤时,首先将伤口处的玻璃屑取出,用水洗净伤口,涂以碘酒或红汞药水,用纱布包扎,严重者送医院治疗。

实验室应备有急救药品,如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1%~2%的乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、凡士林等,还应备有镊

子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

2. 灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

(1) 强酸、强碱等腐蚀性化学品触及皮肤时可引起皮肤烧伤,因此在使用时宜多加小心。万一被强酸、强碱或溴烧伤,应立即用大量水洗,然后再根据不同情况分别处理。

① 浓酸烧伤 先用大量的水冲洗,然后用 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗涤,必要时涂烫伤膏。

② 浓碱烧伤 先用大量的水冲洗,再用 1%~2% 硼酸或醋酸溶液洗涤,最后再用水洗,必要时涂上烫伤膏。

③ 溴烧伤 用酒精擦至没有溴液为止,然后涂上甘油或烫伤油膏加以按摩。

(2) 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

(3) 以上物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量的水冲洗,并及时去医院治疗。

(五) 用电安全

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。使用电器时,应先检查实验装置或设备的金属外壳是否接好地线,插头接线是否完好,电线是否磨损。使用时先插上插头,接通电源,再开启仪器开关。电器内外要保持干燥,实验过程中应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或手拿湿的物品接触带电体。实验完毕后,先切断电源,再拔下插头。万一触电,应立即拉下电闸,切断电源,或用不导电物品使触电者与电源隔离,然后对触电者进行人工呼吸并急送医疗单位抢救。

【总结】 学生进入实验室或做实验时,注意以下几方面的安全:

- (1) 水的安全;
- (2) 电的安全;
- (3) 化学药品的安全;
- (4) 操作的安全。

§ 1.2 有机化学实验室常用仪器

化学实验中最常用的就是玻璃仪器。在化学实验中经常要加热、冷却,要接触各种腐蚀性的试剂,甚至要经受一定的压力,因此,对玻璃仪器的质量及玻璃材质均要求较高。实验仪器所用的玻璃应当是具有机械强度大、软化点高、线膨胀系数小、对温度冲击的抵抗力高且对化学试剂的耐受性高等特点。国内目前均采用硼硅酸盐硬质 95 料或 GG-17 硬质玻璃制造。

目前实验室中的玻璃仪器主要为标准磨口仪器和普通玻璃仪器。

一、标准磨口仪器

有机实验装置绝大多数都是采用标准磨口仪器通过标准磨口接头连接、组合而成的。常用的标准磨口仪器主要有烧瓶、漏斗、冷凝管、分水器、蒸馏头、尾接管等。标准磨口接头可分为四类:① 平磨口;② 直形磨口;③ 锥形磨口;④ 球形磨口。最常使用的是标准锥形磨口接

头。这种接头是由套管(简称口)和锥形插头(简称塞)所组成的,其互换性极好,容易拆装、接缝严密,每一种接头上都标有两个数字,分别代表套管大端的内径和磨口部分的长度,如24/29即指套管大端的内径为24 cm,磨口部分的长度为29 cm。标准接头按照大小不同有许多规格,最常用的为29[#]、24[#]、19[#]、14[#](均指套管大端的内径)等。

标准磨口仪器使用起来非常方便,但其价格昂贵,如不能很好的爱护极易损坏,因此使用时必须注意以下几点:

(1) 使用玻璃仪器时要轻拿轻放,除烧瓶外,一般都不能用火直接加热,厚壁仪器(如抽滤瓶)一定不能加热。

(2) 磨口部分必须保持清洁,无固体杂物,否则,对接不紧密,甚至损坏磨口。

(3) 安装时,仪器装置要整齐,正确,使磨口连接处受力均衡,以免折断仪器。

(4) 常压下使用,无需涂润滑剂。在进行真空操作时,磨口处应涂以真空润滑脂,真空脂应在插头的中部均匀地薄薄地涂成圈,然后将插头和套管接上并加以旋转,使真空脂分布均匀,经过正确润滑后的紧密接头,看上去应当是完全透明的。

(5) 实验完毕后应立即将接头拆开,以免日后粘在一起,无法拆卸。

(6) 洗涤前应将涂过的真空脂擦净,然后才能用洗涤剂清洗,洗涤磨口时不得使用粗糙的去污粉,以免使磨口擦伤而使仪器漏气。

(7) 接头如需插在一起存放时,必须先清洗干净,并且在套管和插头之间垫一张薄纸条,以免以后拆卸困难。

下面介绍有机实验中最常用的几种仪器及其使用范围。

1. 烧瓶

常用的烧瓶有圆底烧瓶、梨形烧瓶、三口烧瓶等,具体见图1-2。



图1-2 烧瓶

(1) 圆底烧瓶 能耐热和承受因反应物沸腾所产生的冲击震动。在有机实验中常用于合成反应、回流加热及常压和减压蒸馏操作中。

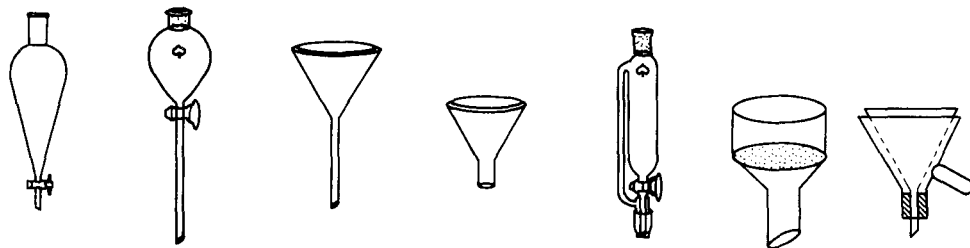
(2) 梨形烧瓶 用途与圆底烧瓶相似,但在合成少量有机化合物时,通常用梨形烧瓶,因为能让少量化合物保持较高的液面,蒸馏时残留在烧瓶中的液体少。

(3) 三口烧瓶 主要用于需要回流、搅拌的反应中,三口分别安装搅拌器、回流冷凝管和温度计。

(4) 锥形烧瓶 用于贮存液体,混合溶液及少量溶液的加热,常用于重结晶操作或有固体产物生成的合成实验中,因为生成的固体容易从锥形烧瓶中取出来,也可用作常压蒸馏的接收器,但不能用作减压蒸馏的接收器。

2. 漏斗

常用的漏斗有恒压滴液漏斗、滴液漏斗、分液漏斗等,具体见图 1-3。



梨形分液漏斗 滴液漏斗 长茎漏斗 短茎漏斗 恒压滴液漏斗 布氏漏斗 热过滤漏斗

图 1-3 漏斗

(1) 梨形分液漏斗 用于溶液的萃取、洗涤和分离,也能用于滴加反应液。

(2) 滴液漏斗 用于滴加反应物至反应瓶中,即使漏斗的下端浸没在液面下,也能看到滴加的速度。

(3) 长茎漏斗和短茎漏斗 在里面垫上滤纸,在普通过滤时用。

(4) 恒压滴液漏斗 用于合成反应的液体加料操作,尤其是反应体系内有压力时,可使液体顺利滴加。

(5) 布氏漏斗 是瓷质的多孔板漏斗,主要用于减压过滤中。

3. 冷凝管

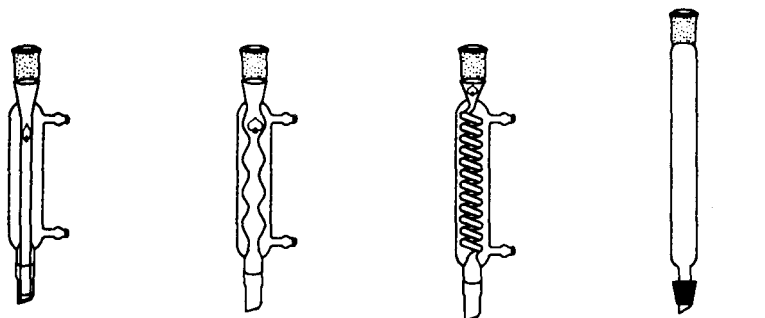
常用的冷凝管有直形冷凝管、球形冷凝管、空气冷凝管等,具体见图 1-4。

(1) 直形冷凝管 适用于蒸馏操作,一般适用于蒸馏物质的沸点在 140°C 以下。当温度超过 140°C 时,冷凝管可能会在内管和外套管的接合处炸裂。

(2) 球形冷凝管 适用于回流操作,其内管的冷却面积较大,对蒸气的冷凝效果好。

(3) 蛇形冷凝管 适用于低沸点物质的长时间回流操作,其内管的冷却面积更大,对蒸气的冷凝效果更好。

(4) 空气冷凝管 当蒸馏物质的沸点超过 140°C ,用其代替直形冷凝管进行蒸馏操作。



直形冷凝管

球形冷凝管

蛇形冷凝管

空气冷凝管

图 1-4 冷凝管

4. 其他连接仪器

(1) 蒸馏头及二口连接管 与圆底烧瓶组装后用于蒸馏有机物。

- (2) 接引管 用于常压蒸馏中收集蒸馏物,真空接引管用于减压蒸馏。
- (3) 分水器 用于及时分出反应过程中生成的水,以提高可逆反应的产率。
- (4) 刺形分馏柱 用于分馏沸点相差不大的多组分混合物。
- (5) 干燥管 装干燥剂,用于无水反应中隔绝空气中的水进入反应瓶中。

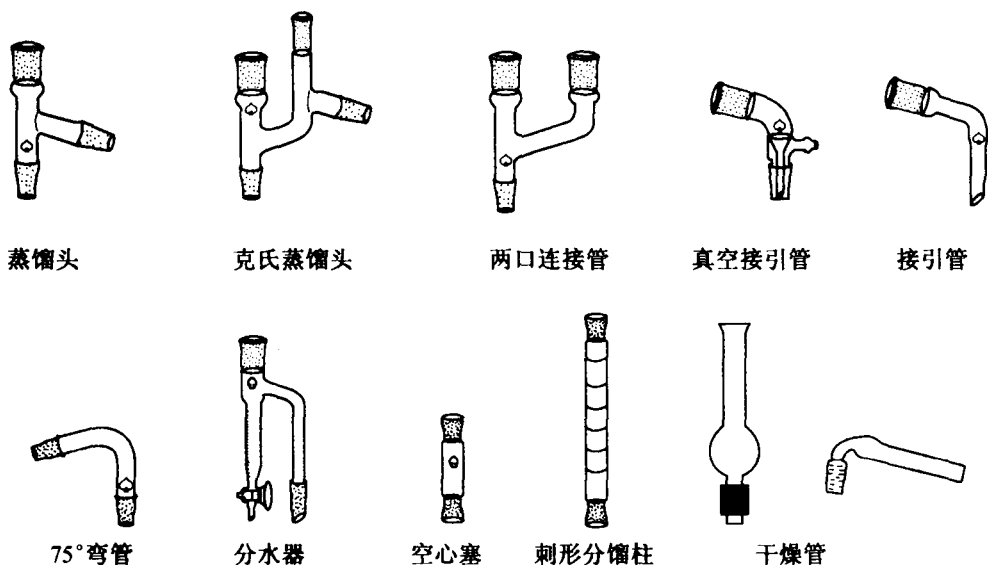


图 1-5 常用的连接装置

二、普通玻璃仪器

有机化学实验中,也会用到很多普通玻璃仪器,下面简单介绍几种用得较多的玻璃仪器。

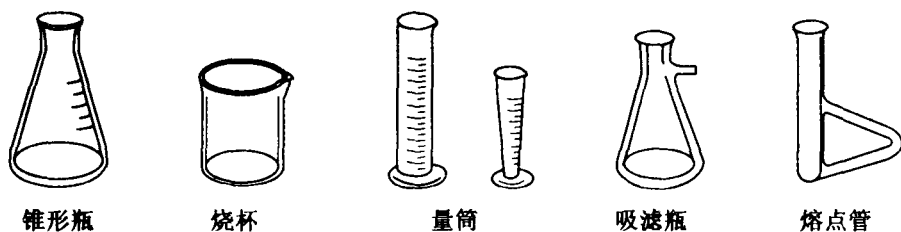


图 1-6 普通玻璃仪器

- (1) 锥形瓶 用于贮存液体,混合溶液及少量溶液的加热,不能用于减压蒸馏装置中。
- (2) 烧杯 用于加热溶液、浓缩溶液和溶液的混合与转移。
- (3) 量筒 用于量取液体,不能用明火直接加热,也不能放入烘箱中干燥。
- (4) 吸滤瓶 和布氏漏斗组装用于减压过滤中,不能用明火直接加热。
- (5) 熔点管 用于测熔点,内装石蜡油、硅油或浓硫酸等液体。

三、仪器的干燥

进行有机化学实验的玻璃仪器除要洗净外,常常还应干燥,简单的干燥仪器的方法有以

下几种:

(一) 晾干

将洗过的玻璃仪器倒放在仪器木柜中合适的位置,让水滴自然蒸发,晾干即可供大多数有机化学实验用.如果需要在严格无水条件下进行实验,则可采用烘干或快干法,将仪器进一步干燥.

(二) 烘干

将仪器洗净,晾干,放在电烘箱里,管口朝下,将如图 1-7 所示的烘箱或干燥箱的温度控制在 105°C 左右,经 $0.5\sim 1\text{ h}$ 后停止加热,冷至室温再取出.如果急用,可鼓冷风,再用坩埚钳取出,搁在石棉网上冷却.被烘仪器不能连有橡皮塞或软木塞,分液漏斗或滴液漏斗的旋塞要取下,凡士林要擦净.如将未晾干的湿仪器放入烘箱中,放置顺序为先上面后下面,瓶口朝下,下放一个搪瓷盘,接受滴下的水珠,以免烘箱生锈.也可用气流烘干机烘干.

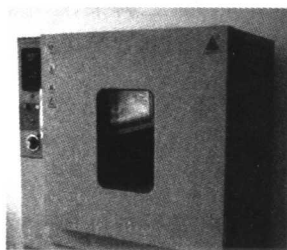
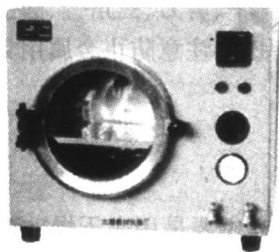


图 1-7 干燥箱和烘箱

带有刻度的计量仪器和厚壁仪器,一般不宜在烘箱中烘干,可放在气流烘干器上烘干,见图 1-8.

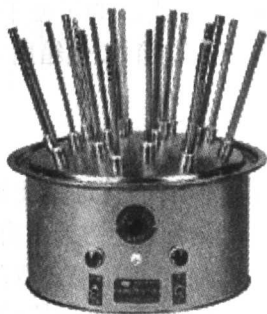


图 1-8 气流烘干器

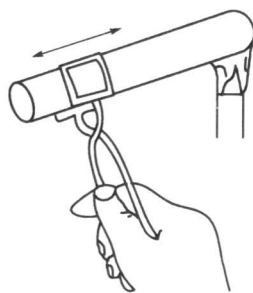
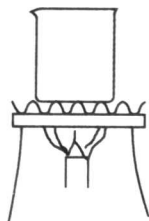


图 1-9 烤干仪器的方法

(三) 烤干

如临时急用干燥的烧杯、蒸发皿等,可放在石棉网上用火烤干,试管可直接在灯焰上烤干(敞口稍向下倾斜),如图 1-9.

(四) 使用有机溶剂干燥

这是一种快干法,将玻璃仪器洗净,倒置稍干后,加入少量(5 mL 左右)工业酒精(或丙酮),倾斜并转动仪器,器壁上的水即与酒精混溶然后将仪器内液体倾出,最后用电吹风吹干,如图 1-10.本法一般用于急需干燥的小仪器,因为溶剂消耗量大,代价高.