

全国高等院校医学实验教学规划教材

# 有机化学实验

第2版

夏 阳 主编



科学出版社

全国高等院校医学实验教学规划教材

# 有机化学实验

(第2版)

主 编 夏 阳

编 者 (按姓氏笔画排序)

王玉玲 石 宇 刘玉艳

刘建玲 纪 伟 赵海阳

钟 阳 夏 阳 徐恩宇

崔静瑕

科 学 出 版 社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

## 内 容 简 介

本书在选材上以经典、实用为出发点,在编写过程中注重基础,在有机化学实验基础知识部分,重点介绍了有机化学实验中常用的仪器,实验方法与技术,包括熔点与沸点测定、蒸馏、分馏、减压过滤、水蒸气蒸馏、加热和冷却、萃取和洗涤、重结晶、色谱的基本操作的原理与方法。实验部分涉及的实验项目包括有机物物理常数的测定及元素检定、有机物的分离与提纯、有机合成及制备、性质实验及学生设计实验,并融入了双语教学内容,增加了英文对照实验。书后附有部分实验中常见试剂的配制方法以供参考。

本书可作为高等医药院校五年制和七、八年制的临床、基础、预防、护理、口腔、药学、检验及信息等专业的教材,也可供相关研究人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 夏阳主编. — 2版. — 北京:科学出版社,2014.1

全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-039627-3

I. 有… II. 夏… III. 有机化学-化学实验-医学院校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 012472 号

责任编辑:李 植 周万灏 / 责任校对:郑金红

责任印制:肖 兴 / 封面设计:范璧合

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

**科学出版社** 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

**北京市文林印务有限公司** 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2011年1月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2014年1月第 二 版 印张:6 1/2

2014年1月第三次印刷 字数:143 000

定价:24.80元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

## 二 版 前 言

有机化学是以实验为基础的学科,有机化学的理论、原理和方法都是在实践的基础上产生,又依靠实验与实践的结合而发展的。有机化学实验的主要目的是通过实验加强学生对有机化学理论的感性认识,训练学生掌握有机化学实验的基本操作技能,促进学生掌握有机化合物合成、分离、鉴定的基本方法,提高学生分析和解决实验过程中实际问题的能力。同时,有机化学实验也是培养学生理论联系实际的工作作风,实事求是、严谨求实的科学态度与良好工作习惯的一个重要环节。有机化学实验是医药学科学学生必修的课程之一。为了适应新世纪本学科发展的需要,培养学生获取知识的能力及培养学生的综合能力与素质,按照“教学大纲”的要求,根据作者的教学经验并对这一版教材进行了修订,结合国内外相关的有机实验教材和参考书,组织编写了这本《有机化学实验(第二版)》教材。

本教材是供高等医药院校各层次学生使用的有机化学实验教材。

本书内容编排由浅至深。有机化学实验基础知识,简单介绍了有机化学实验中常用的仪器,实验方法与技术;实验部分,总计收入34个实验及6个英文对照实验,其中包括有机物物理常数的测定及元素检定、有机物的分离与提纯、有机合成及制备、性质实验、学生设计实验及与有机化合物相关的仪器分析实验。

本书由中国医科大学化学教研室组织编写,由夏阳主编(编写第一、三、八章及附录2),石宇(编写第二章)、王玉玲(编写第四章)、崔静瑕(编写第五章)、刘建玲(编写第六章)、赵海阳(编写第七章)、纪伟(编写第九章)、徐恩宇、钟阳(编写所有英文对照实验),刘玉艳(编写附录1)参编。教研室主任张喜轩教授审阅了全书并提出了宝贵意见。

限于编者的水平,本书的疏漏和错误之处在所难免,恳请读者批评指正。

编 者  
2013年11月

# 一 版 前 言

本教材是供医药院校各专业学生使用的有机化学实验教材。

有机化学实验是医药学科学生必修的课程之一。为了适应 21 世纪本学科发展的需要,培养学生获取知识的能力及培养学生的综合能力与素质,按照“教学大纲”的要求,根据作者的教学经验,并结合国内外相关的有机实验教材和参考书,组织编写了这本《有机化学实验》教材。

本书内容编排由浅至深,分为上、下两篇。上篇为有机化学实验基础知识,简单介绍了有机化学实验中常用的仪器,实验方法与技术;下篇为实验部分,总计收入 31 个实验及 6 个英文对照实验,其中包括有机物物理常数的测定及元素检定、有机物的分离与提纯、有机合成及制备、性质实验及学生设计实验。

本书由夏阳主编(编写上篇及第八章、附录 2 和第九章的部分实验并绘制全部插图),崔静瑕(编写第四章及第九章的部分实验)、李晓娜(编写第五章及第九章的部分实验)、王玉玲(编写第六章及第九章的部分实验)、刘建玲(编写第七章及第九章的部分实验)参编,刘玉艳编写了附录 1 部分。教研室主任张喜轩教授审阅了全书,并提出了宝贵的意见。

由于编者的水平及能力所限,本书的疏漏和错误之处在所难免,敬请广大师生和读者不吝赐教。

编 者

2010 年 11 月

中国医科大学化学教研室

# 目 录

第一章 绪论 .....	(1)
第一节 实验室安全规则 .....	(1)
第二节 有机化学实验规则 .....	(1)
第三节 实验预习、实验记录和实验报告 .....	(2)
第二章 常用玻璃仪器及其他制品 .....	(4)
第一节 常用玻璃仪器及其应用范围 .....	(4)
第二节 其他制品 .....	(6)
第三章 有机化学实验基本操作 .....	(9)
第一节 常用仪器的清洗和干燥 .....	(9)
第二节 加热与冷却 .....	(9)
第三节 有机化学实验常用基本操作 .....	(10)
第四章 有机化合物的物理常数测定及元素检定 .....	(24)
实验一 固体物质熔点的测定 .....	(24)
Experiment 1 Determination of Melting Point .....	(27)
实验二 液体物质沸点的测定 .....	(30)
实验三 有机化合物中氮元素的检定 .....	(31)
实验四 有机化合物中硫元素的检定 .....	(32)
实验五 有机化合物中卤素的检定 .....	(33)
实验六 折光率的测定 阿培(Abbe)折光仪的使用 .....	(34)
实验七 用旋光仪测定葡萄糖、果糖的含量 .....	(36)
第五章 有机物的分离与提纯 .....	(39)
实验八 乙醇的蒸馏 .....	(39)
Experiment 2 Ethanol Distillation .....	(41)
实验九 萘与萘酚混合物的分离 .....	(43)
实验十 两种染料混合物的分离——柱色谱法 .....	(44)
实验十一 氨基酸的分离和鉴定(纸色谱法) .....	(45)
实验十二 反-偶氮苯和顺-偶氮苯的分离(柱色谱) .....	(46)
实验十三 顺、反-偶氮苯的比较(薄层色谱) .....	(48)
实验十四 三种色素的薄层色谱 .....	(49)
第六章 有机合成及制备 .....	(50)
实验十五 甲苯氧化制备苯甲酸 .....	(50)
Experiment 3 The Synthesis of Benzoic Acid by Oxidating Toluene .....	(52)
实验十六 乙酸乙酯的制备 .....	(54)
实验十七 从茶叶中提取咖啡因 .....	(56)

---

Experiment 4	Extraction of Caffeine from Tea	(58)
实验十八	乙酰苯胺的制备及其精制	(60)
实验十九	乙酰水杨酸的制备及其精制	(62)
实验二十	碘仿的制备	(64)
<b>第七章</b>	<b>性质实验</b>	<b>(65)</b>
实验二十一	烃类实验	(65)
实验二十二	醇和酚的实验	(66)
实验二十三	醛和酮的实验	(67)
实验二十四	羧酸和羧酸衍生物的实验	(69)
Experiment 5	Nature Experiment I	(71)
实验二十五	脂类化合物实验	(74)
实验二十六	碳水化合物的实验	(75)
实验二十七	含氮有机化合物的实验	(76)
Experiment 6	Nature Experiment II	(78)
实验二十八	蛋白质的实验	(80)
<b>第八章</b>	<b>学生设计实验</b>	<b>(81)</b>
实验二十九	未知有机物的检定(I)	(81)
实验三十	未知有机物的检定(II)	(82)
<b>第九章</b>	<b>仪器分析实验</b>	<b>(83)</b>
实验三十一	苯甲酸红外光谱测定	(83)
实验三十二	气相色谱法分析苯及其同系物	(85)
实验三十三	HPLC法测定复方阿司匹林药物中的有效成分	(87)
实验三十四	紫外光谱分析法对有机化合物的鉴定	(90)
<b>参考文献</b>		<b>(92)</b>
<b>附录 1</b>	<b>性质实验中部分试剂的配制方法</b>	<b>(93)</b>
<b>附录 2</b>	<b>几种糖脎的结晶形状</b>	<b>(95)</b>

有机化学是一门以实验为基础的学科,重视和学好这门课程,对于培养医学人才起着十分重要的作用,为了保证实验安全,顺利地进行,培养学生良好的实验习惯和严谨的科学态度。在学生进入实验室之前,一定要认真学习和掌握好有机化学实验的基本知识。

# 第一章 绪 论

## 第一节 实验室安全规则

进行有机化学实验,经常要处理易燃、易爆的物质及浓酸、浓碱和有毒物质,如使用不当,就有可能引起着火、爆炸、烧伤、中毒事故。因而,必须严格遵守下列各项规则:

- (1) 装有易燃物质的容器不得靠近火源。
- (2) 易燃溶剂不得用开口容器(如烧杯)盛放。加热乙醚、汽油、苯等易燃液体应使用装有冷凝器的烧瓶。回流或蒸馏液体时应放沸石,以防止液体因过热爆沸而冲出容器。
- (3) 使用易燃和与空气混合易爆的气体如氯气、乙炔时要保持室内空气畅通以降低这类物质的浓度。
- (4) 使用有毒药品应认真操作,切勿让有毒药品沾及五官或伤口。操作后应立即洗手。
- (5) 混合浓硫酸和水、乙醇等时,应将硫酸分成数份,每次以一小部分注入后者中。千万不可将乙醇、水等注入浓硫酸。
- (6) 如实验中有有机溶剂燃烧起火、首先立即熄灭所有火源。关闭煤气、切断电源,并将易燃物质移走。少量(几毫升)溶剂起火,可任其烧完。如果燃着的液体量较大或洒在桌上时可用干砂扑灭。若衣服着火,切勿奔跑,可用厚的外衣包裹使其熄灭。
- (7) 酸或碱洒在皮肤或衣物上,可用大量水冲洗,灼伤较重应立即就医。
- (8) 皮肤被酚、溴烧伤时,速用酒精等溶剂将酚、溴洗掉。
- (9) 实验室的任何物质不得用口尝。检验气味时不得吸入大量被检物质放出的蒸气。禁止在实验室内吃食物、喝饮料等。

## 第二节 有机化学实验规则

- (1) 课前必须作好实验预习,详细阅读教材,了解实验的目的和要求,明确各步操作的目的、原理和方法。
- (2) 实验前要检查仪器是否完整、有无缺损。
- (3) 进行实验时要做到认真操作、仔细观察实验发生的各种现象和积极思考出现的问题,并将观察到的现象及实验数据如实地及时记录下来,不许事后作“回忆录”。
- (4) 在实验记录中不允许有丝毫的主观愿望的成分。尽管与预期实验效果相反,也应如实的记录下来,再进行科学分析或重复操作,找出原因。
- (5) 记录的实验数据不可模糊不清。例如,“加热数分钟”不能表达出实验时加热几分



钟,应记录实验操作具体的时间数。

(6) 实验中所用器材和药品用后立即按原样放回原处,不得随意搬家。

(7) 实验课不得喧哗、嬉笑、保持安静的实验环境。

(8) 实验完毕,整理和归纳实验结果,分析实验现象,写出实验报告是完成实验工作的重要环节。完整的实验报告应包括:实验题目、实验目的、实验原理、仪器装置和药品、实验方法、实验结果和实验讨论等内容。其中讨论项目对初学者来说常感困难。它应包括:实验后的心得体会、讨论实验结果、分析出现问题、评价实验方法和提出改进实验的设想等。但绝不是实验中出现差错的检讨书。

(9) 保持实验室整洁,实验时做到桌面、地面、水槽和仪器四净。实验完毕,应将实验台按原样整理好,关闭水、电源及煤气,须经教师同意方可离开实验室。

(10) 组织同学轮流值日,值日生的职责是整理公用仪器,清扫实验室,倒垃圾,检查水、电、煤气,关好门窗。

### 第三节 实验预习、实验记录和实验报告

有机化学实验是一门实践性课程,是培养学生独立工作能力的重要环节。因此,要达到实验预期目的,做完每一次实验都有所收获,必须做到实验前预习,实验过程中做好实验记录,实验结束后认真进行总结,完成实验报告。

#### 一、实验预习

实验之前学生必须进行预习,并写好预习报告,做到心中有数。实验预习是有机化学实验的重要环节,未进行预习的学生不能进行实验。

实验预习要求:

(1) 明确实验目的。

(2) 明确实验原理,写出主反应及可能的副反应的反应式。

(3) 熟悉实验所需要的仪器和药品。列出仪器名称、规格;根据实验内容从手册、参考书或其他文献资料中查处反应物和产物的物理常熟,如分子量、性状、折射率、相对密度、熔点、沸点、溶解度等。

(4) 画出主要反应装置图。

(5) 写出操作步骤或实验流程。

(6) 对于将要做的实验中可能会出现的问题(包括完全和实验结果),要明确防范措施和解决办法。

#### 二、实验记录

实验记录是原始数据,必须重视!

实验记录是研究实验过程、书写实验报告和分析实验成败的依据,因此实验时一定要仔细观察并如实记录实验全过程。在实验过程中,必须养成一边实验一边直接在记录本上记录的习惯,不得事后补记或转抄。记录的内容包括实验全部过程,如加入药品的数量,仪器装置,每一步操作时间、内容和所观察的现象。记录要求实事求是,准确反映真实的情

况,以便作为总结讨论的依据,做好实验记录是培养科学作风及实事求是精神的一个重要环节。

### 三、实验报告

实验报告书写的内容包括以下八方面:

- (1) 实验目的(包括合成原理与主要实验技能训练两个方面)。
- (2) 实验原理(包括原理和反应式,主反应及可能的副反应)。
- (3) 仪器和试剂(主要仪器的名称和规格;主要试剂及产物的理化常数,主要试剂用量及规格)。
- (4) 实验装置图。
- (5) 实验步骤或实验流程图。
- (6) 实验记录(时间、操作、现象及注释)。
- (7) 结果与讨论(产物物理状态、产量、产率以及最后总结讨论)。

对合成实验,产率的高低和产品质量的好坏常常是评价一个实验结果及考核学生实验技能的重要指标之一。

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

实际产量是指实验中实际得到的纯粹产物的质量,简称产量。理论产量是假定反应物完全转化成产物,根据反应方程式计算得到的产物质量。

实验讨论是根据实验结果对实验过程进行评价、分析和总结。

- (8) 思考题(巩固实验理论和关键操作应重点关注的问题)。

实验报告是根据实验记录对实验过程进行整理、总结,对实验中出现的理论问题从理论上加以分析和讨论,是感性认识提高到理论认识的必要步骤,也是完整的科学实验中不可缺少的重要组成部分。





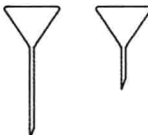
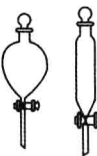
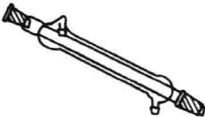
(夏 阳)

## 第二章 常用玻璃仪器及其他制品

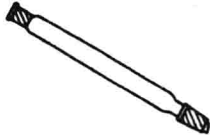






### 第一节 常用玻璃仪器及其应用范围

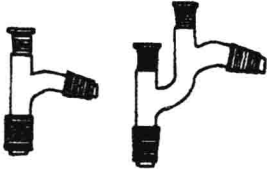
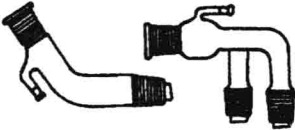

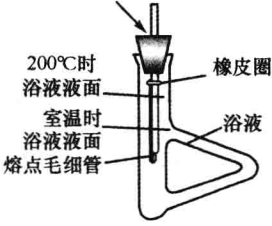
常用玻璃仪器及其应用范围见表 2-1。

表 2-1 常用玻璃仪器

名称	应用范围	注意事项
 试管	用作少量试液的反应容器,便于操作和观察	1) 加热后不能骤冷 2) 盛试液不能超过试管的 1/3 ~ 1/2 3) 加热时用试管夹夹持,管口不要对人
 烧杯	反应容器 反应物较多时用,亦可配制溶液,溶样等	1) 可加热至高温 2) 加热时底部垫石棉网
 锥形瓶	反应容器 摇荡比较方便,适用于滴定操作	可以垫石棉网加热
 滴管	吸取或滴加少量液体(数滴) 吸取沉淀的上层清液以分离沉淀	1) 滴加时保持垂直,避免倾斜,切忌倒立 2) 管尖不可接触其他物体以免玷污
 长颈漏斗、漏斗	长颈漏斗用于定量分析、过滤沉淀、短颈漏斗用作一般过滤	不能用火直接加热
 分液漏斗、滴液漏斗	1) 往反应体系中滴加较多的液体。 2) 分液漏斗用于互不相溶的液-液分离	活塞应用细绳系于漏斗颈上,或套以小橡皮圈防止滑出跌碎
 直形冷凝管	直形冷凝管适用于蒸馏物质的沸点在 140°以下	

续表

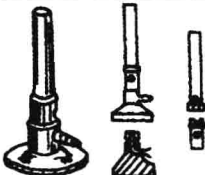

名称	应用范围	注意事项
 空气冷凝管	空气冷凝管适用于蒸馏物质的沸点高于 $140^{\circ}$	
 球形冷凝管	球形冷凝管适用于加热回流的实验。	
 表面皿(表面玻璃)	盖在蒸发皿或烧杯上以免液体溅出或灰尘落入	不能用火直接加热,直径要略大于所盖容器
 研钵	研磨固体物质时用	<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 不能做反应容器</li> <li>2) 只能研磨,不能敲击</li> <li>3) 不能烘烤</li> </ol>
 干燥器	存放样品,以免样品吸收水气	<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 使用前要检查干燥器内的干燥剂是否失效</li> <li>2) 磨口处涂适量凡士林</li> </ol>
 圆底烧瓶	用于反应、回流、加热和蒸馏	
 三口烧瓶	用于同时需要搅拌、控温和回流的反应	

名称	应用范围	注意事项
 蒸馏头、克氏蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	蒸馏头用于常压蒸馏,克氏蒸馏头用于减压蒸馏
 接引管、双头接引管	用于蒸馏	
 抽滤瓶	用于减压过滤	不能用火直接加热
 提勒管(Thiele管)	用于熔点测定	内装石蜡油、硅油或浓硫酸






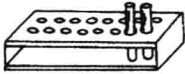


## 第二节 其他制品





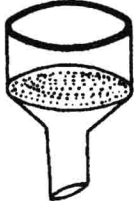
其他制品见表 2-2。

表 2-2 实验室常用制品

名称	用途	注意事项
 煤气灯	用于加热	
 水浴锅	用于要求受热均匀而温度不超过 100℃ 的物体的加热	1) 注意不要把水浴锅烧干 2) 严禁把水浴锅作砂浴盘使用

续表

名称	用途	注意事项
 石棉网	加热玻璃反应容器时垫在容器的底部,能使加热均匀	不要与水接触,以免铁丝锈蚀,石棉脱落
 双顶丝	用来把万能夹或烧瓶夹固定在铁架台的垂直圆铁杆上	
 烧瓶夹	用于夹住烧瓶的颈或冷凝管等玻璃仪器	头部套有耐热橡皮管以免夹碎玻璃仪器
 坩埚钳	夹持坩埚和坩埚盖	1) 不要和化学药品接触,以免腐蚀 2) 放置时,应令其头部朝上,以免玷污 3) 夹持高温坩埚时,钳尖需预热
 试管夹	用于夹拿试管	防止烧损(竹质)或锈蚀
 试管架	用于放置试管	
 铁架台、铁环	用于固定放置反应容器。铁环上放石棉网,可用于放被加热的烧杯等仪器	
 三脚架	放置较大或较重的加热容器	
 试管刷	洗涤试管及其他仪器用	洗涤试管时,要把前部的毛捏住放入试管,以免铁丝顶端将试管底戳破

名称	用途	注意事项
 药匙	取固体试剂时用	1) 取少量固体时用小的一端 2) 药匙大小的选择,应以盛取试剂后能放进容器口内为宜
 点滴板	用于点滴反应,一般不需分离的沉淀反应,尤其是显色反应	1) 不能加热 2) 不能用于含氢氟酸和浓碱溶液的反应
 蒸发皿	用于蒸发、浓缩	可耐高温,能直接用火加热,高温时不能骤冷
 坩埚	用于灼烧固体	1) 灼烧时放在泥三角上,直接用火加热,不需用石棉网 2) 取下的灼热坩埚不能直接放在桌上。而要放在石棉网上 3) 灼热的坩埚不能骤冷
 布氏漏斗	用于减压过滤	

(石 宇)

## 第三章 有机化学实验基本操作

### 第一节 常用仪器的清洗和干燥

#### 一、仪器的洗涤

清洁的实验仪器是实验成功的重要条件,也是化学工作者应有的良好习惯,清洗的目的是为了避免杂质进入反应体系,确保实验顺利进行。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗。刷子是特制的,如试管刷、烧杯刷、冷凝管刷等。若用上述物质难以洗净时,则根据污垢的性质采用适当的洗液或其他方法进行洗涤。

(1) 铬酸洗液:这种洗液氧化能力很强,对有机污垢破坏力很大,可洗去碳化残渣等有机污垢。

(2) 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。用以清洗油脂和一些有机物(如有机酸)

(4) 有机溶剂洗涤液:工业碱的工业酒精溶液常常是洗涤有机污垢的良好洗涤液。由于有机溶剂价值较高,同时存在一定的危险性,只在特殊条件下可使用。

(5) 超声波:有机实验中常用超声波清洗器来洗涤玻璃仪器,其优点是省时又方便。只要把用过的仪器放在配有洗涤剂的溶液中,接通电源,利用声波的振动和能量,即可达到清洗仪器的目的。

上述方法清洗过的仪器,再用自来水冲洗干净即可。

器皿是否清洁的标志是:加水倒置,水顺着壁流下,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

进行实验时,不仅需要清洁的仪器,同时需要将仪器进行干燥。因此,洗涤和干燥玻璃仪器是进行实验的一个良好习惯,干燥玻璃仪器的方法有以下几种。

(1) 自然风干:将洗净仪器倒置或放在干燥架上自然风干。

(2) 烘干:把玻璃仪器从上层至下层放入烘箱,器皿口朝上,烘箱内温度保持 100 ~ 110℃,约半小时待烘箱内温度降至室温时取出即可。也可放在气流烘干器上进行干燥。

(3) 吹干:有时仪器洗涤后需立即使用,为了节省时间,可用少量低沸点水溶性有机溶剂淋洗后用电风吹冷风,待稍干后再吹热风使干燥完全(直接吹热风有时会使有机蒸气爆炸),然后再吹冷风使仪器冷却。

### 第二节 加热与冷却

#### 一、加 热

有机化学实验室中常用的热源有煤气灯、酒精灯、电热套、封闭电炉等。一般来说玻璃



仪器不能用火焰直接加热,因为强烈的温度变化和受热不均匀都会造成玻璃仪器的损坏,同时,由于局部温度过高,还可能引起有机化合物的分解。为了避免直接加热可能带来的弊端,实验室中常常根据具体情况,选择不同的热源和加热方法。

1. **煤气灯** 煤气灯是实验室中最常用的加热工具之一,多用于加热水溶液和高沸点溶液。当利用煤气灯加热烧瓶等玻璃仪器时,必须垫有石棉网,使用时,煤气灯的火焰温度可随着调节空气量的增减而不同。

2. **电热套** 有机实验常使用电热套加热,它是一种特殊设计的加热器,由石棉纤维织成,其中镶入镍铬丝。具有不易引起火灾且受热较为均匀等特点,热效率高,加热温度可由控温装置调节或用调压变压器控制,使用方便。

3. **热浴加热(水浴加热、油浴加热……)** 为了消除直接明火加热和保证加热均匀,在实验室中还常使用各种加热浴。热浴是间接加热,作为传热介质的可以是水、油、有机液体、熔融的盐、砂和金属等,可根据加热温度、升温速度等加以选择。

## 二、冷 却

在有机实验中,有时由于产物或中间体不够稳定,必须在低温下进行,如重氮化反应;有的放热反应,常产生大量的热,使反应难以控制,并引起易挥发化合物的损失,或导致有机物的分解或增加副产物。因此,制冷技术对实验的成败有着重要作用。冷却的方法很多,实验者可根据冷却温度和带走热量来决定。

常用冷却剂:水、冰-水、 $\text{NaCl}$ +碎冰(1:3)、 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ +碎冰(5:4)、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ +碎冰(3:10)、 $\text{NaNO}_3$ +碎冰(3:5)、液氨。

## 第三节 有机化学实验常用基本操作

### 一、熔点测定方法

1. **毛细管熔点测定法** 又称提勒(Thiele)管法(见实验一)。

2. **显微熔点测定仪**(见图3-1) 其测熔点的优点是可测微量样品的熔点,也可测高熔点的样品,又可细致观察样品在加热过程中的变化情况。

3. **数字熔点仪**(见图3-2) 该熔点仪采用光电检测,数字温度显示等技术,具有初熔、终熔自动显示,可与记录仪配合使用,具有熔化曲线自动绘制等功能。

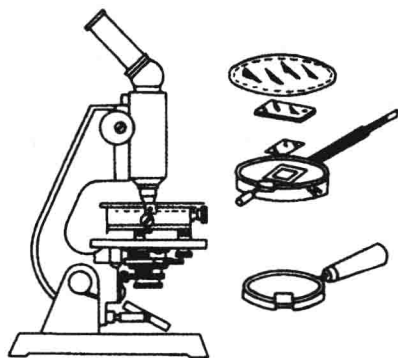


图3-1 显微熔点测定仪

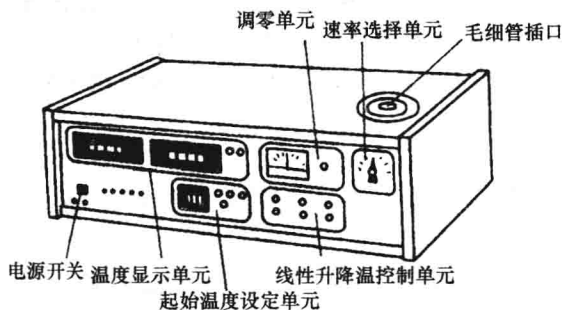


图3-2 数字熔点仪