

 NPTGJC

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材  
QUANGUO PUTONG GAODENG ZHUANKE JIAOYU YAOXUELEI GUIHUA JIAOCAI

# 有机化学 实验

(第四版)

ORGANIC CHEMISTRY  
EXPERIMENT

主编 马俊

中国医药科技出版社

ORGANIC CHEMISTRY  
EXPERIMENT

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材

# 有机化学实验

(第四版)

主 编 马 俊

副主编 赵 荣

编 委 马祥志 (湖南师范大学医学院)

罗建明 (长沙卫生职业学院)

张 英 (湖南医药学院)

马 俊 (湖南医药学院)

吴建明 (湖南食品药品职业学院)

赵 荣 (长沙卫生职业学院)

中国医药科技出版社

## 内 容 提 要

本书是全国普通高等专科学校教育药学类规划教材之一,共24个实验,包括有机化学实验的基本操作、有机化合物性质实验、有机化合物制备实验、有机化合物的元素定性分析及有机化合物的定性鉴定,涵盖了有机化学常用的实验。

本书可作为普通高校大专药学专业教材,也可供其他专业和药学工作者选用。

### 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/马俊主编.—4版.—北京:中国医药科技出版社,2014.7

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材

ISBN 978-7-5067-6822-1

I. ①有… II. ①马… III. ①有机化学-化学实验-医学院校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第103248号

美术编辑 陈君杞

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100082

电话 发行:010-62227427 邮购:010-62236938

网址 [www.cmstp.com](http://www.cmstp.com)

规格 787×1092mm  $\frac{1}{16}$

印张 6 $\frac{1}{2}$

字数 127千字

初版 1996年12月第1版

版次 2014年7月第4版

印次 2014年7月第4版第1次印刷

印刷 廊坊市广阳区九州印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-6822-1

定价 15.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

# 全国普通高等专科学校教育药学类规划教材建设委员会

主任委员 朱家勇 (广东药学院)

副主任委员 王学春 (泰山医学院)

雷 迅 (桂林医学院)

张 宁 (天津医科大学)

许启太 (河南大学药学院)

付晓华 (湖南师范大学医学院)

委 员 (按姓氏笔画排序)

丁元林 (广东医学院)

王润玲 (天津医科大学)

冯向先 (长治医学院)

刘 民 (赣南医学院)

刘 伟 (长春医学高等专科学校)

孙 莉 (桂林医学院)

吴慧丽 (浙江医学高等专科学校)

张万年 (宁夏医科大学)

李 伟 (泰山医学院)

李 钦 (河南大学药学院)

杨 明 (江西中医学院)

陈思东 (广东药学院)

周亚林 (无锡卫生高等职业技术学校)

赵 云 (三峡大学医学院)

徐国华 (江西护理职业技术学院)

梁新武 (南阳医学高等专科学校)

赖小平 (广州中医药大学)

# 编写说明

## PREPARATION OF NOTES

《全国普通高等专科学校教育药学类规划教材》是由原国家医药管理局科技教育司根据国家教委(1991) 25号文的要求组织、规划的建国以来第一套普通高等专科学校教育药学类规划教材。本套教材是国家教委“八五”教材建设的一个组成部分。从当时高等药学专科教育的现实情况考虑, 统筹规划、全面组织教材建设活动, 为优化教材编审队伍、确保教材质量起到了至关重要的作用。也正因为此, 这套规划教材受到了药学专科教育的大多数院校的推崇及广大师生的喜爱, 多次再版印刷, 其使用情况也一直作为全国高等药学专科教育教学质量评估的基本依据之一。

随着近几年来我国高等教育的重大改革, 药学领域的不断进步, 尤其是2010版《中华人民共和国药典》和新的《药品生产质量管理规范》(GMP)的相继颁布与实施, 这套教材已不能满足现在的教学要求, 亟需修订。但由于许多高等药学专科学校已经合并到其他院校, 原教材建设委员会已不能履行修订计划, 因此, 成立了新的普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会, 组织本套教材修订工作。在修订过程中, 充分考虑高等专科学校教育全日制教育、函授教育、成人教育、自学考试等多种办学形式的需要, 在维护学科系统完整性的前提下, 增加学习目标、知识链接、案例导入等模块, 利于目前教育形势下教材应反映知识的系统性及教材内容与职业标准深度对接的要求。使本套教材在继承和发展原有学科体系优势的同时, 又增加了自身的实用性和通用性, 更符合目前教育改革的形式。

教材建设是一项长期而严谨的系统工程, 它还需要接受教学实践的检验。本套教材修订出版以后, 欢迎使用教材的广大院校师生提出宝贵的意见, 以便日后进一步修订完善。

全国普通高等专科学校教育  
药学类规划教材建设委员会  
2012年5月

## 第四版前言

《有机化学》和《有机化学实验》是医学高等专科学校药学专业的一套重要基础课程教材,是《药物化学》《药物分析》《天然药物化学》及其相应实验教材的基础。高等专科教育的培养目标是培养适应生产、流通、服务、管理第一线的应用型技术人才,要求培养出来的学生知识面要广、动手能力要强。因此,在编写过程中,我们注重有机化学实验的基础知识和基本操作,淡化理论推导。通过实验教学,达到理论联系实践,实验操作规范化的目标。

参加本书编写工作的有:湖南师范大学医学院马祥志(编写第一部分有机化学实验的基础知识);长沙卫生职业学院罗建明(编写实验一、二、三、四);湖南医药学院张英(编写实验五、六、七、八);湖南医药学院马俊编写(实验九、十、十一、十二、十五、二十、二十一、二十二);湖南食品药品职业学院吴建明(编写实验十三、十八、十九);长沙卫生职业学院赵荣(编写实验十四、十六、十七、二十三、二十四)。

感谢编者所在学校的大力支持。书中不妥和不足之处,敬请批评指正。

编者

2014年4月

# 目 录

---

|                         |      |
|-------------------------|------|
| 第一部分 有机化学实验的基础知识 .....  | (1)  |
| 一、有机化学实验的目的 .....       | (1)  |
| 二、实验室规则 .....           | (1)  |
| 三、实验事故的预防和事故救护措施 .....  | (1)  |
| 四、有机化学实验中常用的玻璃仪器 .....  | (4)  |
| 五、玻璃仪器的洗涤与干燥 .....      | (6)  |
| 六、仪器的装配原则 .....         | (6)  |
| 七、实验报告的书写 .....         | (8)  |
| 第二部分 有机化学实验的基本操作 .....  | (10) |
| 实验一 有机化合物结构模型的装配 .....  | (10) |
| 实验二 仪器装配 .....          | (12) |
| 实验三 熔点的测定和温度计的校正 .....  | (15) |
| 实验四 蒸馏及沸点测定 .....       | (19) |
| 实验五 水蒸气蒸馏 .....         | (23) |
| 实验六 减压蒸馏 .....          | (27) |
| 实验七 重结晶 .....           | (32) |
| 实验八 折光率的测定 .....        | (37) |
| 实验九 旋光度的测定 .....        | (41) |
| 实验十 纸色谱分析法 .....        | (44) |
| 第三部分 有机化合物性质实验 .....    | (48) |
| 实验十一 醇、酚、醛和酮的化学性质 ..... | (48) |
| 实验十二 羧酸及其衍生物的化学性质 ..... | (53) |
| 实验十三 糖的化学性质 .....       | (56) |
| 实验十四 氨基酸和蛋白质的性质 .....   | (59) |

|                              |      |
|------------------------------|------|
| 第四部分 有机化合物的制备实验              | (62) |
| 实验十五 1-溴丁烷的制备                | (62) |
| 实验十六 乙酸乙酯的制备                 | (65) |
| 实验十七 乙酰水杨酸的制备                | (68) |
| 实验十八 甲基橙的制备                  | (70) |
| 实验十九 乙酰苯胺的制备                 | (73) |
| 实验二十 从茶叶中提取咖啡因               | (76) |
| 实验二十一 从橙皮中提取柠檬烯              | (78) |
| 实验二十二 正丁醚的制备                 | (80) |
| 实验二十三 无水乙醇的制备                | (82) |
| 第五部分 有机化合物的元素定性分析及有机化合物的定性鉴定 | (84) |
| 实验二十四 有机化合物的元素定性分析           | (84) |
| 附录                           | (88) |
| 附录一 常用纯有机物的物理常数              | (88) |
| 附录二 试剂的规格和贮藏                 | (90) |
| 附录三 一些商品试剂的近似比重、百分含量、浓度和当量浓度 | (92) |
| 附录四 常用有机化合物干燥剂               | (92) |
| 附录五 常用有机溶剂共沸混合物、共沸浓度和共沸点     | (94) |



# 第一部分 有机化学实验的基础知识

---

## 一、有机化学实验的目的

- (1) 通过实验,加深和巩固有机化学的基本理论、各类有机化合物的性质等理论知识。
- (2) 掌握有机化学实验的基本方法和基本技能。
- (3) 学会运用所学理论知识,能自行设计、准备和进行实验,细致地观察和分析实验现象,并能得出正确的结论;培养独立思考和独立工作的能力。
- (4) 培养理论联系实际的作风,实事求是、严肃认真的科学态度和良好的工作习惯。

## 二、实验室规则

- (1) 实验前要先复习理论教材中的有关内容,预习实验教材;了解实验内容、步骤、方法和基本原理;找出本实验成败的关键,充分考虑如何防止事故的发生和事故发生时的安全措施。
- (2) 遵从教师指导,严格按操作规程和实验步骤进行实验,未经老师许可,不得擅自更改。发生意外事故应立即报请教师处理。
- (3) 实验时要集中精神,保持安静,仔细观察,认真记录,注意安全。
- (4) 注意保持实验台和实验室的整洁。火柴梗、废纸屑、废玻璃等须投入废纸篓;废液、废固体残渣应倾入废液缸;以上物质都不得倒入水槽,以防水管堵塞或腐蚀金属管道。
- (5) 爱护公物,小心使用仪器和实验设备。按规定取用药品,节约用水用电。
- (6) 实验完毕,将玻璃仪器洗净,放回原处。搞好实验台和实验室的整洁工作,关好水电。将实验记录交指导教师审阅,得到教师允许后,才能离开实验室。

## 三、实验事故的预防和事故救护措施

有机化学实验中,经常要使用易燃、易爆、有毒或具有腐蚀性、刺激性的药品,这些药品使用不当,就可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外,破碎的玻璃器皿、煤气、电器设备等使用不当也会产生事故。但是,这些危险也是可以预防的,只要实验者精神集中,严格遵守操作规程,加强安全措施,树立爱护国家财产的观念,就一定能够有效地维护实验室的安全,正常地进行实验。为此,我们必须熟悉一些安全知识。

### (一) 防火

在实验室中不要贮存大量的易燃性液体。装有易燃性液体的瓶子,不得放在火源附近。

加热和盛放乙醚、乙醇、苯、石油醚等易挥发性液体时,不得使用烧杯等大口容器,加热时不能使容器密闭,而应采用回流装置用水浴加热。乘热过滤易燃液体时,更应远离火源。

蒸馏乙醚、丙酮等低沸点易燃液体时,必须用热水浴加热。切忌在加热过程中加入沸石。蒸馏装置必须严密而不漏气,漏气不严重时,可用烧石膏调匀封口,切不可用石蜡或凡士林涂口,因它们受热熔化或被有机物溶解,不仅起不到封口作用,甚至会引起更严重的后果。漏气严重时,必须停火,重新安装。从接受瓶出来的尾气必须用橡皮管引出室外。

使用油浴时,应严防冷水进入热油中,否则将爆溅并引起着火。加热温度较高时,应防止油蒸气着火,特别是久用的油浴由于油的闪点下降,更易着火。

易挥发的可燃性废液、可燃废物、浸过可燃性液体的滤纸、棉花等应及时集中统一处理。不可把燃着的或带火星的火柴梗投入废物缸内。

用金属钠干燥乙醚时,应谨防有水进入反应器内。含有钠残渣的废物不得倾入水槽、水沟或废物缸内,应用乙醇处理销毁。

如果不幸起火,应立即关闭煤气灯、熄灭其他热源,拉开室内总电闸,搬开易燃物质。同时,根据起火原因,采用相应的灭火方法。

有机实验室灭火,通常不能用水,常采用使燃烧的物质隔绝空气的办法。

小器皿内着火(如烧杯、烧瓶等),可用石棉板、湿抹布覆盖,火即熄灭,绝不能用力吹,否则火势更易扩大。

如果油类起火,或燃着的液体洒在桌上或地板上,应用细砂扑灭。火势较大时,应及时使用灭火器材(二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、四氯化碳灭火器等)。

如果电器着火,必须先切断电源,然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳蒸气有毒,使用时应打开门窗注意空气流通)。因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。绝不可用水或泡沫灭火器去灭火,因为其中有水能导电,会导致人触电。

如果衣服着火,应立即在地上打滚,盖上湿毛毡一类东西,使之与空气隔绝而灭火。

总之,灭火时应因时因地因物而区别对待,不能一视同仁,灭火时应从四周向中心扑灭,同时搬走周围可燃物,要有秩序地进行,切不可慌张。

## (二) 防爆

在实验室内发生爆炸是极端危险的,破坏力很大,容易造成人员的伤亡,物力的损失,必须高度重视。在实验操作上必须高度引起注意。

(1) 进实验室必须有自身防护措施,如穿上工作服,尽可能戴上防护眼镜。

(2) 仪器装置必须正确并按要求进行安装。假如蒸馏系统是封闭的,减压蒸馏的仪器不耐压,均易引起爆炸。

(3) 易燃易爆的气体(如氢气、乙烯、乙炔等)和易燃的有机溶剂(如乙醚、甲等),它们与空气的混合物都有不同程度的爆炸性,所以这些混合气体不可接触明火,进行使用这些物质的实验时应该保持空气流通。

(4) 放置稍久的乙醚,有过氧化物形成的可能,使用前必须检查,若有过氧化物存在,必须除去才能使用,否则易发生猛烈爆炸。

(5) 有些实验可能生成有危险性的化合物,操作时应特别小心。如重金属乙炔化合物、苦味酸盐、多硝基化合物、硝酸酯、干燥的重氮盐等,重压或撞击等均会引起爆炸,使用时必须严格遵守操作规程。

## (三) 防割伤

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片。若伤势不重,让

血流片刻，再用消毒棉花或硼酸水（或双氧水）洗净伤口，搽上碘酒后包扎好；若伤口深，流血不止时，可在伤口上方或下方 10 cm 处用纱布扎紧，减慢流血，有助血凝，并立即到医务部门处理。

#### （四）防药品的灼伤

在实验室内使用各种药品时必须按照使用药品的有关规定进行，切不可粗心大意，若发生灼伤事故先采用下列急救措施，然后请医护人员进一步处理。

##### 1. 酸灼伤

（1）皮肤上 立即用大量水冲洗，然后用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤，再涂上油膏，并将伤口扎好。

（2）眼睛上 抹去溅在眼外的酸，立即用水冲洗（将橡皮管套在水龙头上用慢水对准眼睛冲洗），再用 1% 碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。

##### 2. 碱灼伤

（1）皮肤上 立即用大量水冲洗，然后用饱和硼酸或 1% 醋酸洗涤，再涂上油膏，并包扎好。

（2）眼睛上 立即抹去溅在眼外面的碱，用水冲洗，再用 1% 硼酸溶液洗涤后，滴入蓖麻油。

##### 3. 溴或苯酚灼伤

立即用酒精洗涤，再涂上甘油。

若眼睛受到溴蒸气刺激，暂时不能睁开时，可对着酒精瓶内注视片刻。

#### （五）防烫伤

烫伤也是实验室经常发生的，应加以注意。轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏，重伤者涂以烫伤油膏后即送医务部门医治。

#### （六）防中毒

实验室引起中毒的主要途径为：吸入有毒气体、溅入口内或通过割伤、灼伤等伤口处渗入体内。若吸入毒气，则应把中毒者移到室外，解开衣领和钮扣，必要时进行人工呼吸，吸入氯气或溴气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。若药品溅入口内则应立即吐出，并用大量水漱口，若已吞入，应立即找医生进行催吐、解毒处理。

预防中毒，应注意下列事项。

（1）任何药品均勿直接用手拿取，更不得入口，严禁在实验室内进食。

（2）使用毒性较大而又易挥发的药物，取用量应尽量少，并在通风柜内进行。

（3）手上若沾染上药品，应用肥皂和冷水洗涤。不可用热水，以免皮肤上的毛细孔张开，反使药品更易渗入；也不可有机溶剂洗手。

（4）沾染过有毒物质的仪器，用过后应立即洗净。

（5）若有水银泼散在桌上或地上，应尽可能设法收集起来，余留的残迹，可用三氯化铁溶液或硫磺粉处理。

（6）了解化学物质的毒性及防毒措施。如发现中毒或过敏现象，应立即找医生诊治。

为了处理事故的需要，实验室应备有急救箱，内置有以下物品：①绷带、纱布、胶布、消毒棉花、医用镊子、剪刀、橡皮管等。②凡士林、玉树油、烫伤膏、药用蓖麻油、

硼酸膏、磺胺药粉等。③红汞、紫药水、碘酒、双氧水、硼酸溶液（饱和的及1%）、醋酸溶液（1%）、碳酸氢钠溶液（5%、1%）、酒精、甘油等。

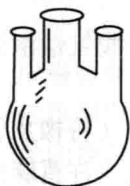
## 四、有机化学实验中常用的玻璃仪器

### （一）普通有机化学实验玻璃仪器

图1-1是除试管、烧杯等最普通常用仪器外的在有机化学实验中的常用仪器。



(1) 圆底烧瓶



(2) 三口烧瓶



(3) 三角烧瓶 (锥形瓶)



(4) 抽滤瓶



(5) 布氏漏斗



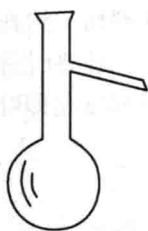
(6) 热水漏斗



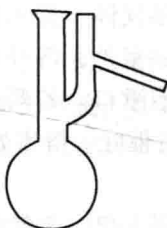
(7) 分液漏斗



(8) 滴液漏斗



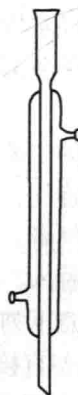
(9) 蒸馏烧瓶



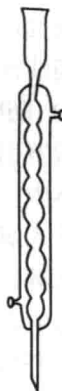
(10) 克氏蒸馏烧瓶



(11) 空气冷凝管



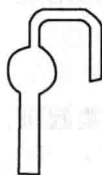
(12) 直形冷凝管



(13) 球形冷凝管



(14) 干燥管



(15) 接液管

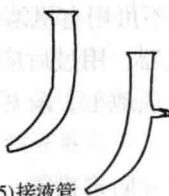


图1-1 普通有机化学实验玻璃仪器

使用玻璃仪器应轻取轻放，除试管等少数仪器外都不能直接加热，锥形瓶不耐压，不能做减压用。厚壁玻璃器皿（如量筒、抽滤瓶）不耐热，故不能加热。广口容器（如烧杯）不能贮放有机溶剂。带活塞的玻璃器皿（如分液漏斗）用过洗净后，在活塞与磨口间应垫上纸片，以防粘住。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂后用电吹风吹热风，或用水煮后再轻敲塞子，使之松开。此外，不能用温度计作搅拌棒用，也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却，不可立即用冷水冲洗以免温度骤然变化而炸裂。

## （二）标准磨口组合玻璃仪器

在有机化学实验中，特别是科研上常用到标准磨口玻璃仪器，图 1-2 是一些常用的标准磨口仪器。

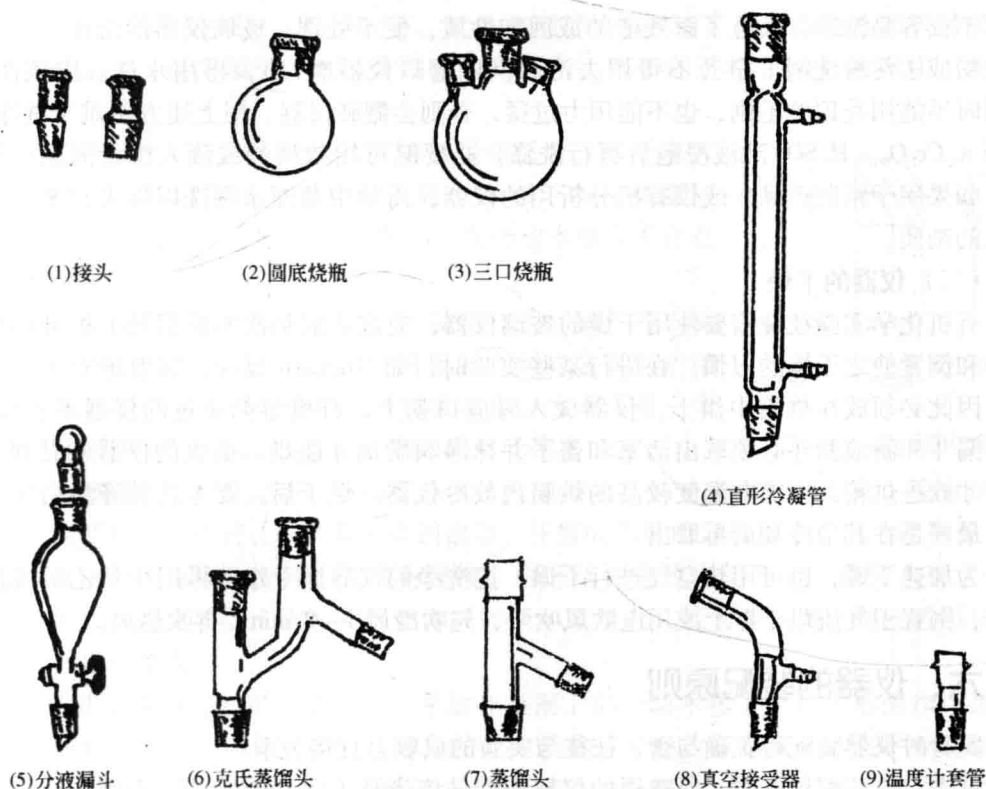


图 1-2 标准磨口玻璃仪器

这种仪器具有标准化、通用化、系列化的特点。仪器和仪器之间进行组合时相同编号的标准磨口可以相互连接。对于磨口编号不同的仪器可借助于不同编号的磨口接头使其相互连接。这样，既可免去配塞子和钻孔等手续，还能避免反应物或产物被塞子所污染。

标准磨口仪器全部为硬质料制造，配件较多，品种复杂，标准口编号有 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50 等多种，数字是指磨口最大外径（毫米），有的磨口玻璃仪器用两个数字表示，例如：10/30 分别表示磨口最大外径为 10 mm，磨口长度为 30 mm。

使用标准磨口玻璃仪器时须注意以下几点。

- (1) 磨口处必须清洁无杂物。否则,使磨口连接不密,以致漏气或破损。
- (2) 用后应及时拆卸洗净。否则,磨口连接处常会粘牢,难以拆卸。
- (3) 一般使用时,磨口无需涂润滑剂,以免沾污反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。
- (4) 标准磨口玻璃仪器装置安装时应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则常易将仪器折断。

## 五、玻璃仪器的洗涤与干燥

### (一) 仪器的清洗

仪器必须经常保持洁净。应养成仪器用毕立即洗净的习惯。仪器用完后立即刷洗,这样不仅容易洗净,而且了解残渣的成因和性质,便于处理。玻璃仪器的洗涤,一般用洗衣粉或去污粉洗刷干净(不得用去污粉洗刷磨口仪器磨口),再用水洗。应该注意,洗刷时不能用秃顶的毛刷,也不能用力过猛,否则会戳破仪器。用上述方法难于洗净时,可用  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 - \text{H}_2\text{SO}_4$  洗液浸泡后再行洗涤。必要时可用浓硝酸或滴入少量丙酮进行洗涤。如果用于精制产品,或供有机分析用的仪器,尚须用蒸馏水刷洗以除去自来水冲洗带入的杂质。

### (二) 仪器的干燥

有机化学实验往往需要使用干燥的玻璃仪器,应该养成每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之干燥的习惯。在进行某些实验时,如 Grignard 反应,需要绝对干燥的仪器,因此必须放在烘箱中烘干,仪器放入时应口朝上,有机溶剂刷过的仪器不能放入,分液漏斗和滴液漏斗必须取出活塞和盖子并抹净润滑剂才能烘。被烘的仪器应做到无水滴下才放进烘箱,不能向温度较高的烘箱内放冷仪器。烘干后,要等其稍降温后才可取出,最好是在其中冷却后再取出。

为加速干燥,也可用热空气进行干燥,把洗净的仪器沥干水,再用少量乙醇或丙酮涮洗,倒置于气流烘干器上或用电吹风吹干,先吹冷风 1~2 min,再吹热风。

## 六、仪器的装配原则

实验时仪器装配得正确与否,往往与实验的成败有直接关系。

首先,在装配仪器时,所选用的仪器和配件应当是干净和干燥的,否则,往往会影响产品的产量与质量。

需要加热的实验,应选择坚固的仪器,如圆底烧瓶作反应器,因为它能耐温度的变化和反应混合物沸腾时对器壁的冲击。其容积的大小应使所盛反应物的总体积占其 1/2 左右,最多不超过 2/3。

玻璃仪器,如烧瓶、冷凝器等一般用单爪或双爪夹固定在铁架(又叫铁架台)上,铁夹上(或内)应贴有(或套上)橡皮、绒布或缠上石棉绳,否则易将仪器夹坏。用铁夹夹玻璃仪器时应先用手捏住再旋螺旋慢慢夹牢,但不能太紧。若需加热的仪器,铁夹应夹在仪器受热最少的位置。若为冷凝管则应夹在其中央稍偏上位。

装配仪器时,应首先选好主要仪器的位置,然后按照先下后上,从左到右(或从右



到左)的顺序逐个地装配其他仪器。例如,在装配蒸馏装置和回流装置时,应首先固定好蒸馏烧瓶或圆底烧瓶的位置。实验结束拆卸仪器时,要按照与装配时相反的顺序,逐个拆卸。

仪器装配得正确与严密,可以保证实验顺利进行,避免因仪器装配不当而造成的事故。

在装配常压下进行反应的仪器时,仪器装置必须与大气相通,决不能密闭。否则加热后,产生的气体与反应物的蒸气在仪器内膨胀,内压增大,引起爆炸。

仪器之间常用塞子连接,有机化学实验中的常用的塞子有软木塞和橡皮塞两种。软木塞的优点是不易和有机化合物作用,但易漏气和易被酸碱腐蚀,橡皮塞虽不漏气和不易被酸碱腐蚀,但易被有机物所侵蚀或溶胀,高温下会变形,价格也较贵。各有优缺点,应根据具体情况而选用,一般情况下,软木塞用得较多,而在减压蒸馏及减压过滤时必须使用橡皮塞,以防漏气。无论使用哪一种塞子,塞子的选择和钻孔的操作,都必须掌握。

所选择的塞子应与所使用仪器的口径相适合,塞子塞入烧瓶瓶颈或其他仪器口颈的部分不能少于塞子本身高度的 $1/3$ ,也不能多于 $2/3$ ,如图1-3所示。所选软木塞应不存在颈缝和深洞。

为了组装成套的装置,塞子往往需要钻孔,钻孔的工具叫钻孔器,也叫打孔器。它是由一组粗细不同的金属管所组成,一端有柄,另一端很锋利,可用来钻孔。另外还有一个带柄的金属条,用来捅出进入钻孔器的橡皮或软木。

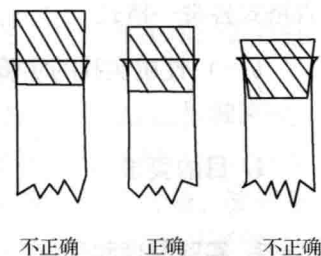


图1-3 塞子的位置

软木塞钻孔前,最好用压塞机把软木塞压紧压软,防止在钻孔时裂开,没有压塞机时也可用两块木板代替,夹住塞子来回滚动。压塞时不可用力过猛,否则会使塞子裂开。经过滚压的软木塞表面变得柔软富有弹性,内部结构也较均匀密集。在软木塞上钻孔,钻孔器的口径应比要插入软木塞的物体口径稍小或接近,若为橡皮塞,则应选用比欲插入仪器的口径略大。

钻孔时,把塞子小的一端朝上,平放在桌面上的一块木板上,此木板的作用是避免当塞子被钻通后,钻坏桌面。钻孔时,左手持紧塞子平稳放在木板上,右手握住钻孔器的柄,在预定好的位置,一面按顺时针方向旋转,一面略微用力向下压,钻孔器就始终与桌面保持垂直,不能左右摆动,更不能倾斜。待钻到软木塞厚度的一半左右时,即按反时针方向旋转,拔出钻孔器,用金属条捅掉钻孔器里的塞芯和碎屑。再用同样方法从塞子的另一端钻孔。直到把孔打通为止。

钻孔时,为了减少钻孔器与塞子间的摩擦力(特别是橡皮塞钻孔时),可用水、肥皂水或甘油润湿钻孔器的前端。旋入钻孔器的力量若均匀合适,则塞子的孔道光滑整齐;若不均匀或过大,会使软木塞的孔道表面粗糙,孔道扭曲,孔径过度缩小或粗细不匀。若孔径略小或孔道稍不光滑,可用圆锉修整。

将玻璃管、温度计或其他玻璃仪器插入塞孔时,应该特别注意安全。先用少量水或甘油把要插入塞子的玻璃管等的一端润湿,左手拿住塞子,右手拿住用毛巾或抹布裹住

也应用布包住进行，以免玻璃管折断伤手。

## 七、实验报告的书写

告格式各举一格式。

### (一) 性质实验的实验报告规格

实验 \_\_\_\_\_ 实验日期 \_\_\_\_\_

### 1. 目的要求

## 2. 实验原理和现象

| 内 容 | 步 骤 | 现 象 | 反应式及解释 |
|-----|-----|-----|--------|
|     |     |     |        |

### 3. 讨论

## (二) 合成实验的实验报告规格

实验\_\_\_\_\_ 实验日期\_\_\_\_\_

### 1. 目的要求

## 2. 反应原理

### 3. 主要有机试剂及产物的物理常数

[illegible]



## 4. 主要试剂的规格及用量

## 5. 仪器装置

(必须绘制主要装置图)

## 6. 实验步骤及现象

| 步 骤 | 现 象 |
|-----|-----|
|     |     |

## 7. 产率的计算

## 8. 讨论

## 附：产率的计算方法

在实验中，由于反应不完全、产生副产物及操作上的损失等，产品的实际产量往往低于理论产量。

理论产量，也称计算量，是假定参与反应的物料完全按主反应进行所得到的产量。而实际上总是达不到的，因此要进行产率计算。产率计算可以按重量比或摩尔比来进行。

在实验中为了提高产率，往往把反应物之一过量。究竟哪一种反应物过量，要根据反应物的价格、来源、反应完成后是否容易除去或回收、能否引起副反应等情况而定。

例1 61.5 g 1-溴丙烷和23 g 金属钠的作用，得到18 g 正己烷，计算其产率。

可以按反应计算： $2\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br} + 2\text{Na} \longrightarrow \text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3 + 2\text{NaBr}$

|            |                     |                     |                      |
|------------|---------------------|---------------------|----------------------|
| 按反应计算      | 246 g<br>(2 mol)    | 46 g<br>(2 mol)     | 86 g —<br>(1 mol)    |
| 按1-溴丙烷用量计算 | 61.5 g<br>(0.5 mol) | 11.5 g<br>(0.5 mol) | 21.5 g<br>(0.25 mol) |
| 按实际计算      | 61.5 g<br>(0.5 mol) | 23 g<br>(1 mol)     | 18 g<br>(0.21 mol)   |

由上可见，此反应中钠是过量的。61.5 g (0.5 mol) 1-溴丙烷理论上只与11.5 g (0.5 mol) 钠反应，生成21.5 g 正己烷。在此情况下，应以用量较少的物质，即61.5 g (0.5 mol) 1-溴丙烷为基准而计算产率：

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\% = \frac{18}{21.5} \times 100\% = 84\%$$