

Chemical Industry Press

○ 附实验报告

获第七届中国石油和化学工业优秀教材一等奖

中等职业学校规划教材
有机化学实验

第二版

初玉霞 主编



化学工业出版社

中等职业学校规划教材

有机化学实验

第二版

初玉霞 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书为中等职业学校有机化学实验教材。全书由有机化学实验的基本知识、有机化学实验的基本操作、有机化合物的性质与鉴定、有机化合物的制备和综合实验五部分组成。书中对各部分教学内容都提出了“知识目标”和“技能目标”，有利于教师和学生正确把握知识点和技能训练要求。全书采用国家标准规定的术语、符号和法定计量单位，共选编了35个典型实验，实验规程可靠，实用性强，体现环保理念，涉及的操作技术全面，便于训练学生基本操作技能，有利于提高动手能力。在每个实验项目后都编有“实验指南与安全提示”以及“预习指导”等内容，便于指导教与学。与教材配套编写的实验报告册，内容详尽，格式合理，方便填写，有利于提高学生正确、规范撰写实验报告的能力。

本书可作为中专、技校和职高的化学、化工、制药、环保以及分析检验等专业教学用书，也可供相关专业技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/初玉霞主编. —2版. —北京: 化学工业出版社, 2006.10

中等职业学校规划教材

ISBN 978-7-5025-9539-5

I. 有… II. 初… III. 有机化学-化学实验-专业学校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 122783 号

中等职业学校规划教材

有机化学实验

第二版

初玉霞 主编

责任编辑: 陈有华

文字编辑: 张 婷

责任校对: 陶燕华

封面设计: 于 兵

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010) 64982530

(010) 64918013

购书传真: (010) 64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 14 $\frac{3}{4}$ 字数 243 千字

2007 年 1 月第 2 版 2007 年 1 月北京第 8 次印刷

ISBN 978-7-5025-9539-5

定 价: 22.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

《有机化学实验》作为中等职业学校教材，于2002年1月编写出版，至今已重印多次，受到广大使用者的欢迎和好评，并荣获第七届中国石油和化学工业优秀教材一等奖。

国民经济的快速发展，给中等职业教育带来了新的繁荣，同时也对培养21世纪高素质劳动者和中、初级专门人才提出了更高的要求，更加注重实践技能和动手能力的培养。编者在广泛征求各方面相关人员意见，吸纳了许多有益建议的基础上，重新修订了这本《有机化学实验》教材，作为中专、技校和职高的化学、化工、制药、环保以及分析检验等专业的教学用书，也可供其他化学、化工类专业技术人员参考。

第二版《有机化学实验》按照第一版的基本内容框架，保留了原教材的特色和精华，同时做了如下修改：

1. 新版教材对各章内容都提出了“知识目标”和“技能目标”，旨在帮助教师和学生明确本章教学中应该把握的知识点、所要训练的实验技能以及要求达到的教学目标。在有些章节中适当选编了内容新颖、可读性强的“小资料”，以利拓展学生的知识视野，了解与本学科相关的前沿信息。

2. 从环保的角度出发，注意渗透化学实验绿色化的理念，对实验项目的选题及某些实验的操作条件做了进一步更新和改进，尽量使用无毒性或毒性小的试剂与原料；在保证实验现象明显、实验结果正确的前提下，降低了试剂用量，以减少环境污染；并对实验中产生的“三废”提供了必要的处理方法。

3. 将原教材中“有机化合物的制备”和“有机化合物的性质与鉴定”两章内容的编排顺序进行了调整，使知识培养和技能训练更加符合由浅入深、从易到难、循序渐进的原则，也更加便于培养学生的独立动手能力。

4. 适当降低了教学内容的难度，如删除了原教材中“有机化合物的制备”实验后面要求学生填写的实验操作示意图，而在“综合实验”中则仍保留这部分内容，以体现不同教学阶段对教学目标要求的层次和标准的不同。

5. 适当增加了选做实验的比例（书中凡是标“*”的为选做内容），使教学内容更富弹性，以便各校灵活进行教学安排。与教材配套编写的实验报告册，内容详尽，格式合理，方便填写，有利于提高学生正确、规范撰写实验报告的能力。

本教材由初玉霞主编，梁克瑞编写了第三章、第四章及“实验报告”的全部内容，高兴参与了第五章的编写与实验校核工作，全书由关海鹰审阅，并提出了宝贵的修改意见，在此表示真诚的感谢。

由于编者水平有限，书中不足之处在所难免，敬请同行与读者批评指教。

编 者
2006年9月

第一版前言

本书是根据中等职业教育培养面向 21 世纪高素质的劳动者和中、初级专门人才的需求,以训练学生实验操作技能为主要目的编写的。适用于中等职业学校化学、化工类专业,也可供相关的技术人员参考。

全书由有机化学实验的基本知识、基本操作、有机化合物的制备、有机化合物的性质与鉴定和综合实验五部分组成,共选编了 32 个典型实验。书中凡是标“*”的为选做内容。

本教材具有下列特点。

1. 以训练有机化学实验的基本操作技能和素质能力的培养为主线,并贯穿全书。在“有机化学实验的基本操作”中,首先安排了 5 个基本操作训练实验;在“制备实验”和“综合实验”中,逐步扩充和巩固操作训练。实验由简到繁,由单元技能训练到组合技能训练,循序渐进,逐步提高。

2. 按照“实用为主、够用为度、应用为本”的原则,精选了实验项目。制备实验的选项考虑到了原料来源方便、价格低廉,原料与产物的毒性较小、气味较好,产物实用性强等因素。综合实验内容更加贴近生产、生活实际。除几个较大型的连续性合成实验外,还适当选编了“天然有机物的提取”和“实用化学品的配制”等项目,以拓宽学生的知识视野和激发学习兴趣。书中还安排了设计性实验,以利于培养学生的创新思维和独立分析问题、解决问题的能力。

3. 考虑到中职学校的教学特点,书中对每个实验项目的实验目的、实验原理和操作步骤都做了简明扼要的叙述,并编有“实验指南与安全提示”及“预习指导”等内容。文字通俗易懂,实验规程可靠。以利于学生掌握实验技术,养成良好的实验工作习惯及较强的环保和安全防护意识。

4. 教材中采用了现行国家标准规定的术语、符号和法定计量单位。一些物理常数的测定,采用了国家标准规定的试验方法。

5. 与本书配套的“有机化学实验报告”格式设计合理,设有实验预习、操作流程、实验结果及问题讨论等栏目,便于中职学生学习有机化学实验技术并完成实验报告。

本书的初稿承贵州化工学校袁红兰审阅,并提出许多宝贵意见;吉林化工学校韩丽艳参与了部分实验的校核工作,并提出了一些有益的建议。在此一并表示衷心的感谢。由于时间仓促,编者水平有限,书中不足之处在所难免,敬请同行与读者批评指教。

初玉霞
2001 年 6 月

目 录

第一章 有机化学实验的基本知识	1
第一节 有机化学实验的意义和目的	1
第二节 有机化学实验的学习方法	2
第三节 有机化学实验的安全知识	3
第四节 实验室常见小故障的处理	6
第五节 有机化学实验常用玻璃仪器和其他器材	8
第六节 玻璃仪器的清洗与干燥	10
思考题	10
小资料 绿色化学与化学实验绿色化	10
第二章 有机化学实验的基本操作	12
第一节 加热与冷却	12
第二节 干燥与干燥剂	13
第三节 简单的玻璃工操作与仪器的装配	15
第四节 萃取与洗涤	19
第五节 重结晶与过滤	20
第六节 熔点的测定	23
第七节 沸点的测定	25
第八节 普通蒸馏	26
第九节 简单分馏	28
第十节 水蒸气蒸馏	29
第十一节 减压蒸馏	30
第十二节 升华	32
思考题	33
小资料 超临界流体萃取技术	34
实验 2-1 玻璃管的简单加工及洗瓶的装配	34
实验 2-2 用重结晶法提纯苯甲酸	37
实验 2-3 固体熔点的测定	38
实验 2-4 液体沸点的测定及混合物的分离	40
* 实验 2-5 八角茴香的水蒸气蒸馏	42

* 实验 2-6 乙二醇的减压蒸馏	43
第三章 有机化合物的性质与鉴定	45
第一节 未知物的鉴定	45
第二节 有机化合物的性质与官能团鉴定	48
实验 3-1 甲烷的制备及烷烃的性质与鉴定	49
实验 3-2 乙烯、乙炔的制备及不饱和烃的性质与鉴定	51
实验 3-3 醇、酚、醚的性质与鉴定	55
实验 3-4 醛和酮的性质与鉴定	59
实验 3-5 羧酸及其衍生物的性质与鉴定	63
实验 3-6 含氮有机物的性质与鉴定	65
* 实验 3-7 碳水化合物的性质与鉴定	69
* 实验 3-8 蛋白质的性质与鉴定	73
* 实验 3-9 常见高分子化合物的鉴别	74
实验 3-10 设计实验	76
小资料 农药残留物的检测	77
第四章 有机化合物的制备	78
第一节 制备路线的选择	78
第二节 反应装置的选择	79
第三节 精制方法的选择	84
第四节 实验产率的计算	85
第五节 影响产率的因素及提高产率的措施	86
实验 4-1 环己烯的制备	87
* 实验 4-2 1-溴丁烷的制备	89
实验 4-3 阿司匹林的制备	92
实验 4-4 β -萘乙醚的制备	94
* 实验 4-5 苯甲醇和苯甲酸的制备	96
* 实验 4-6 肉桂酸的制备	98
实验 4-7 乙酸异戊酯的制备	100
* 实验 4-8 肥皂的制备	102
实验 4-9 甲基橙的制备	104
* 实验 4-10 邻苯二甲酸二丁酯的制备	107
小资料 合成染料	109
第五章 综合实验	111
第一节 多步骤有机合成	111
第二节 天然有机物的提取	112
实验 5-1 用糠醇改性的脲醛树脂胶黏剂的制备	113
* 实验 5-2 三苯甲醇的制备	117

实验 5-3	植物生长调节剂 2,4-D 的制备	121
* 实验 5-4	局部麻醉剂苯佐卡因的制备	125
实验 5-5	从茶叶中提取咖啡因	130
* 实验 5-6	从黄连中提取黄连素	132
实验 5-7	从橙皮中提取柠檬油	133
实验 5-8	从菠菜中提取天然色素	135
* 实验 5-9	实用化学品的配制	137
附录		143
附录一	常用试剂的配制.....	143
附录二	常用有机溶剂的纯化.....	145
附录三	有毒化学品及其极限安全值.....	146
附录四	常用元素相对原子质量表.....	148
附录五	常用酸碱溶液的相对密度和质量分数.....	149
附录六	常用有机溶剂的沸点和相对密度.....	151
附录七	不同温度时水的饱和蒸气压.....	151
主要参考书目		152

第一章 有机化学实验的基本知识



知识目标

- 了解有机化学实验的意义、目的、内容及学习方法
- 了解有机化学实验的一般知识及常见小故障的处理方法
- 了解有机化学实验室规则及有机化学实验的安全防护知识

技能目标

- 会清洗与干燥有机化学实验室常用玻璃仪器
- 会处理有机化学实验室常见小故障

有机化学实验是在特定的环境下进行的化学实验操作训练,实验者必须首先了解与有机化学实验相关的一些基本知识和规则,才能保证实验的顺利进行并取得预想的结果。

有机化学实验的基本知识主要包括有机化学实验的意义、目的、学习方法、有机化学实验室规则、安全防护知识、常见小故障的处理以及常用玻璃仪器的洗涤与干燥等。

第一节 有机化学实验的意义和目的

有机化学是以实验为基础的科学,有机化学的理论、原理和定律都是在实践的基础上产生、又依靠理论与实践的结合而发展的。随着知识经济时代的到来,有机化学学科也正在迅猛地向前发展。许多化工新产品的开发与应用、工业三废的处理、生产技术攻关、环境保护、生命与健康领域的科学研究等都依赖于有机化学实验知识的应用。所以,有机化学实验知识是中等职业技术学校化工类及其相关专业学生必备的知识素质之一,是培养 21 世纪高素质的化学、化工类应用型人才,提高其职业岗位技能的重要组成部分。

有机化学实验的主要目的如下。

① 熟悉有机化学实验的一般知识,掌握有机化学实验的基本操作技能,培养学生的实验动手能力。

② 验证常见有机化合物的性质,掌握重要有机化合物的鉴别方法,丰富学生的感性知识,巩固、加深和扩充有机化学的基本理论知识。

③ 学会常用的有机化学实验装置的安装与操作,掌握最基本的有机化合物的制备、分离与提纯方法,培养学生正确观察实验现象,准确测量、记录及处理实验数据,科学地表达实验结论,规范地完成实验报告的能力。

④ 了解实用化学品的配制方法,掌握天然有机物的提取技术。培养学生的创新思维和综合运用有机化学实验操作技术的能力。

⑤ 掌握实验室常见问题的处理方法,养成良好的实验习惯。培养学生理论联系实际的工作作风、实事求是的科学态度和独立分析问题、解决问题的能力。

第二节 有机化学实验的学习方法

我国著名化学家、中国科学院前任院长卢嘉锡教授说过:科学工作者应具备“C₃H₃”,即 Clear head (清醒的头脑)、Clever hand (灵巧的双手)和 Clean habit (整洁的习惯)。这对于我们学好有机化学实验有着重要的指导意义。因为实验课就是要手脑并用、认真思考、认真操作、认真整理。具体有以下三个步骤。

一、预习实验

实验前是否充分预习是实验成败的关键之一。预习的方法主要是读、查、写。

读,是指仔细阅读教材中与本实验相关的内容,明确目的要求、实验原理,清楚操作步骤及所需仪器、药品,了解实验的操作注意事项,做到实验前心中有数。

查,是指根据实验需要,查阅有关手册和资料,了解与本实验相关的化合物的性能和物理参数。

写,是指写好预习笔记。每个学生都应准备专用的实验预习和记录本。在认真阅读教材和查阅资料的基础上,将实验的题目、目的、原理、反应式(正反应及主要的副反应)、主要试剂和产物的物理参数及规格、用量等写在预习笔记本上;将实验的操作步骤用简单明了的文字及符号写出来(如试剂写分子式,克写“g”,毫升写“mL”,加热写“ Δ ”,加入写“+”,沉淀写“ $\downarrow$ ”,气体逸出写“ $\uparrow$ ”等)。对于做好实验的关键所在和可能出现的问题,要特别予以标明,以提示自己操作时加以注意。

二、实施实验

实施实验时,应严格按操作规程和预定步骤进行。不得随意更改试剂用量、加料顺序、反应时间及操作程序。实验中应认真操作,仔细观察,积极思考。并将观察到的实验现象如实地记录下来。对于实验中出现的异常现象特别要详细、及时地记录,以便分析原因、总结讨论。

实验记录是原始资料,不能随便涂改,更不能事后凭记忆补写。字迹要工整,内容应简明扼要。

三、总结实验

实验结束后要认真总结。分析实验现象,整理有关数据和资料,得出结论。制备实验要计算产率并描述产品外观特征。对于实验中出现的問題要加以讨论并提出对实验的改进意见或建议。在总结整理的基础上,撰写出规范、准确与完整的实验报告。实验报告的格式如下所示(供参考)。

有机化合物的性质与鉴定实验报告

实验名称 _____

实验日期 _____ 室温 _____ 姓名 _____

实验成绩 _____ 指导教师 _____

目的要求

实验内容和记录

鉴别物质	使用试剂	反应现象	主要反应式	实验结论

问题讨论

有机化合物的制备实验报告

实验名称 _____

实验日期 _____ 室温 _____ 姓名 _____

实验成绩 _____ 指导教师 _____

目的要求

实验原理 (制备反应式)

主要试剂规格及用量

实验装置图

制备过程流程图

实验结果

产品外观 _____ 产量 _____ 熔 (沸) 点 _____

产率计算

问题讨论

第三节 有机化学实验的安全知识

在有机化学实验中,经常要使用易燃(如乙醇、丙酮等)、易爆(如乙炔等)、有毒(如甲醇、苯肼等)及有腐蚀性(如浓硫酸、溴等)的化学试剂。这些化学试剂如果使用不当,就有可能发生着火、爆炸、中毒和灼伤等事故。此外,玻璃器皿、电器设备等如使用或处理不当也会发生割伤或触电事故。为有效维护人身安全、确保实验顺利进行,实验者除了严格按规程操作外,还必须对仪器的性能、药品的危害及一般事故的预防与处理等安全知识有所了解。

一、实验室安全须知

- ① 实验前必须认真预习,了解实验中所用危害性药品的安全操作方法。

② 实验前应认真检查所有仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。熟悉实验室内水、电、煤气开关及安全用具的放置地点和使用方法。

③ 实验中所用的任何化学药品,都不得随意散失、遗弃和污染,使用后须放回原处。实验后的残渣、废液等应倒入指定容器内,统一处理。

④ 对于有可能发生危险的实验,应在防护屏后面进行或使用防护眼镜、面罩和手套等防护用具。

⑤ 实验过程中不得擅自离岗位,应随时注意观察反应现象是否正常、仪器有无漏气和破裂等。

⑥ 实验室内严禁吸烟、饮食、嬉笑和打闹。

⑦ 实验结束后要及时洗手,关闭水、电等开关。

二、常见事故的预防与处理

1. 防止火灾

防止火灾就是防止意外燃烧。只要控制意外燃烧的条件,就可有效地防止火灾。

实验室中,使用或处理易燃试剂时,应远离明火。不能用敞口容器盛放乙醇、乙醚、石油醚和苯等低沸点、易挥发、易燃烧液体,更不能用明火直接加热。这些物质应在回流或蒸馏装置中用水浴或蒸汽浴进行加热。

实验用后的易挥发、易燃物质,不可随意乱倒,应专门回收处理。

若一旦不慎发生火情,应立刻切断电源,迅速移开附近一切易燃物质,再根据具体情况,采取适当的灭火措施,将火熄灭。如容器内着火,可用石棉网或湿布盖住容器口,使火熄灭;实验台面或地面小范围着火,可用湿布或黄沙覆盖熄灭;电器着火,可用二氧化碳灭火器熄灭;衣服着火时,切忌惊慌失措、四处奔跑,应用厚的外衣淋湿后包裹使其熄灭,较严重时应卧地打滚(以免火焰烧向头部),同时用水冲淋、将火熄灭。

2. 防止爆炸

爆炸事故容易造成严重后果,实验室中应认真加以防范,杜绝此类事故的发生。

实验室中的气体钢瓶应远离热源,避免暴晒与强烈震动。使用钢瓶或自制的氢气、乙炔或乙烯等气体做燃烧实验时,一定要在除尽容器内的空气后,方可点燃。

某些有机过氧化物、干燥的金属炔化物和多硝基化合物等都是易爆的危险品,不能用磨口容器盛装,不能研磨,不能使其受热或受剧烈撞击。使用时必须严格按操作规程进行。

仪器装置不正确,也会引发爆炸。在进行蒸馏或回流操作时,全套装置必须与大气相通,绝不能造成密闭体系。减压或加压操作时,应注意事先检查所用器皿是否能承受体系的压力,器壁过薄或有伤痕都容易发生压炸。

有时由于反应过于激烈,致使某些化合物受热分解,使体系热量突增、气体体积膨胀而引起爆炸。遇此情形,可采取迅速撤离热源、降温 and 停止加料等措施来缓解险情。

3. 防止中毒

化学药品大多都有不同程度的毒性。实验室中,人体中毒主要是通过呼吸道、皮肤渗透及误食等途径发生的。

在进行有毒或有刺激性气体产生的实验时,应在通风橱内操作或采用气体吸收装置。若不慎吸入少量氯气或溴气,可用碳酸氢钠溶液漱口,然后吸入少量酒精蒸气,并到室外空气流通处休息。

任何药品,都不得直接用手接触。取用毒性较大的化学试剂时,应戴防护眼镜和橡皮手套。洒落在桌面或地面上的药品应及时清理。

所有沾染过有毒物质的器皿,实验结束后都应立即进行清洗,并做消毒处理。

实验室内严禁饮食。不得将烧杯作饮水杯用,也不得用餐具盛放任何药品。若误食或溅入口中有毒物质,尚未咽下者应立即吐出,再用大量水冲洗口腔;如已吞下,则需根据毒物性质进行解毒处理。如果吞入强酸,先饮大量水,然后再服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;如果吞入强碱,则先饮大量水后,再服用醋、酸果汁和鸡蛋白。无论酸或碱中毒,服用鸡蛋白后,都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

4. 防止化学药品灼伤

许多化学药品具有较强的腐蚀性,如果使用不当,与皮肤直接接触,就会造成灼伤。取用这类药品时,也应戴防护眼镜和橡皮手套,以防药品溅入眼内或触及皮肤。一旦因不慎发生灼伤,首先应立即用大量水冲洗;如果是酸灼伤,再用弱碱性稀溶液(如1%碳酸钠溶液)洗;如果是碱灼伤,再用弱酸稀溶液(如1%硼酸溶液)洗;溴液灼伤,用石油醚洗后,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,最后都应再用大量水冲洗,严重者需送医院诊治。

5. 防止玻璃割伤

玻璃仪器容易破损,在安装仪器时要特别注意保护其薄弱部位。如蒸馏烧瓶的支管和温度计的汞球等都属于易损部位,在将其插入橡胶塞孔时,应涂上少许凡士林或水,以增加润滑性。不得强行用力插入,以免仪器破裂,割伤皮肤。

用铁夹固定仪器时,施力要适当,用力过猛不仅会损坏仪器,还会被玻璃碎片割伤。

切割玻璃管(棒)时,其断面应随即熔光,以防锋利的断面划伤皮肤。

发生割伤后,应先将伤口处的玻璃碎片取出,用蒸馏水清洗伤口后,涂上红药水或敷上创可贴药膏。如伤口较大或割破了主血管,则应用力按紧主血管,防止大量出血,急送医院治疗。

6. 防止电伤害

实验室中应注意安全用电,防止由于用电不当造成的人身伤害。

使用电器设备前,应先用验电笔检查电器是否有漏电现象。使用过程中如察觉有焦糊异味,应即刻切断电源,检查维修,绝不能“带病作业”,以免造成严重后果。

连接仪器的电线接头不能裸露,要用绝缘胶带缠绕。手湿时不能去碰触电源开关,也不能用湿布去擦拭电器及开关。

一旦发生触电事故,应立即切断电源,或用不导电物使触电者脱离电源,然后对其进行人工呼吸并急送医院抢救。

7. 防止环境污染

对于化学实验过程中产生的废气、废液和废渣等有毒、有害的废弃物,应及时进行妥善处理,以消除或减少其对环境的污染。

实验室排出少量毒性较小的气体,允许直接放空,被空气稀释。根据有关规定,放空管不得低于屋顶3m。若废气量较多或毒性较大,则需通过化学方法进行处理。例如,CO₂、NO₂、SO₂、Cl₂、H₂S等酸性废气可用碱溶液吸收;NH₃等碱性废气可用酸溶液吸收;CO可先点燃转变成CO₂后再用碱性溶液吸收等。

有毒、有害的废液和废渣不可直接倾入垃圾堆,必须经过化学处理使其转化为无害物再行排放。例如氰化物可用硫代硫酸钠溶液处理,使其生成毒性较低的硫氰酸盐;含硫、磷的

有机剧毒农药可先与氧化钙作用再用碱液处理,使其迅速分解失去毒性;硫酸二甲酯先用氨水、再用漂白粉处理;苯胺可用盐酸或硫酸中和成盐;汞可用硫黄处理生成毒性较小的 HgS ;含汞盐或其他重金属离子的废液中加入硫化钠,便可生成难溶性的氢氧化物、硫化物等,再将其深埋地下。

第四节 实验室常见小故障的处理

实验室中常常会遇到一些意想不到的“小麻烦”,如瓶塞粘固打不开、仪器污垢难除、分液时发生乳化现象等。如能有效地采取适当方法或技巧加以处理,这些麻烦就会迎刃而解。

一、打开粘固的玻璃磨口

当玻璃仪器的磨口部位因粘固而打不开时,可采取以下几种方法进行处理。

(1) 敲击 用木器轻轻敲击磨口部位的一方,使其因受震动而逐渐松动脱离。对于粘固着的试剂瓶、分液漏斗的磨口塞等,可将仪器的塞子与瓶口卡在实验台或木桌的棱角处,再用木器沿与仪器轴线成约 70° 角的方向轻轻敲击,同时间歇地旋转仪器,如此反复操作几次,一般便可打开粘固不严重的磨口。

(2) 加热 有些粘固着的磨口,不便敲击或敲击无效,可对粘固部位的外层进行加热,使其受热膨胀而与内层脱离。如用热的湿布对粘固处进行“热敷”、用电吹风或游动火焰烘烤磨口等处。

(3) 浸润 有些磨口因药品侵蚀而粘固较牢,或属结构复杂的贵重仪器,不宜敲击和加热,可用水或稀盐酸浸泡数小时后再将其打开。如急用仪器,也可采用渗透力较强的有机溶剂(如苯、乙酸乙酯、石油醚及琥珀酸二辛酯等)滴加到磨口的缝隙间,使之渗透浸润到粘固着的部位,从而相互脱离。

二、打开紧固的螺旋瓶盖

当螺旋瓶盖拧不开时,可用电吹风或小火焰烘烤瓶盖周围,使其受热膨胀,再用干布包住瓶盖用力旋开即可。

如果瓶内装有不宜受热或易燃的物质时,也可取一段结实的绳子,一端拴在固定的物体上(如门窗把手),再把绳子按顺时针方向在瓶盖上绕一圈,然后一手拉紧绳子的另一端,一手握住瓶体用力向前推动,就能使瓶盖打开。

三、取出被胶塞黏结的温度计

当温度计或玻璃管与胶塞或胶管黏结在一起而难以取出时,可用小改锥或锉刀的尖柄端插入温度计(或玻璃管)与胶塞(或胶管)之间,使之形成空隙,再滴几滴水,如此操作并沿温度计(或玻璃管)周围扩展,同时逐渐深入,很快就会取出。也可用恰好能套进温度计(或玻璃管)的钻孔器,蘸上少许甘油或水,从温度计的一端套入,轻轻用力,边旋转边推进,当难以转动时,拔出,再蘸上润滑剂,继续旋转,重复几次后,便可将温度计(或玻璃管)取出来。

四、清除仪器上的特殊污垢

当玻璃仪器上黏结了特殊的污垢,用一般的洗涤方法难以除去时,可先分辨出污垢的性质,然后有针对性地进行处理。

对于不溶于水的酸性污垢,如有机酸、酚类沉积物等,可用碱液浸泡后清洗;对于不溶于水的碱性污垢,如金属氧化物、水垢等,可用盐酸浸泡后清洗;如果是高锰酸钾沉积物,可用亚硫酸钠或草酸溶液清洗;硝酸银污迹可用硫代硫酸钠溶液浸泡后清洗;焦油或树脂状污垢,可用苯、酯类等有机溶剂浸溶后再用普通方法清洗。对于用上述方法都不能洗净的玻璃仪器,可用稀的氢氟酸浸润污垢边缘,污垢就会随着被蚀掉的玻璃薄层脱落,然后用水清洗。而玻璃虽然受到腐蚀,但损伤很小,一般不影响继续使用。

五、溶解烧瓶内壁上析出的结晶

在回流操作或浓缩溶液时,经常会有结晶析出在液面上方的烧瓶内壁上,且附着牢固,不仅不能继续参加反应,有时还会因热稳定性差而逐渐变色分解。遇此情况,可轻轻振摇烧瓶,以内部溶液浸润结晶,使其溶解。如果装置活动受限,不能振摇烧瓶时,可用冷的湿布敷在烧瓶上部,使溶剂冷凝沿器壁流下时,溶解析出的结晶。

六、清理洒落的汞

实验室中使用充汞压力计操作不当或温度计破损时,都会发生“洒汞事故”。汞蒸气对人体危害极大,洒落的汞应及时、彻底清理,不可流失。清理方法较多,可依不同情况选择使用。

(1) 吸收 洒落少量的汞,可用普通滴管,将汞珠一点一滴吸起,收集在容器中。若量较大或洒落在沟槽缝隙中,可将吸滤瓶与一支 75°玻璃弯管通过胶塞连接在一起,自制一个“减压吸汞器”,利用负压将汞粒通过玻璃管吸入滤瓶内。吸滤瓶与减压泵之间的连接线可稍长些,以免将汞吸入泵中。

(2) 粘附 洒落在桌面(或地面)上的汞,若已分散成细小微粒,可用胶带纸粘附起来,然后浸入水下,用毛刷刷落至容器中。此法简便易行,效果好。

(3) 冷冻 汞的熔点为 -38.87°C 。如果在洒落的汞上面覆盖适量的干冰-丙酮混合物,汞就会在几秒钟之内被冷冻成固态而失去流动性,此时可较为方便地将其清理干净。

(4) 转化 对于洒在角落中,用上述方法难以收起的微量汞,可用硫黄粉覆盖散失汞粒的区域,使汞与硫化合成毒性较小的硫化汞,再加以清除。

七、消除乳化现象

在使用分液漏斗进行萃取、洗涤操作时,尤其是用碱溶液洗涤有机物,剧烈振荡后,往往会由于发生乳化现象不分层,而难以分离。如果乳化程度不严重,可将分液漏斗在水平方向上缓慢地旋转摇动后静置片刻,即可消除界面处的泡沫,促进分层。若仍不分层,可补加适量水后,再水平旋转摇动或放置过夜,便可分出清晰的界面。

如果溶剂的密度与水接近,在萃取或洗涤时,就容易与水发生乳化。此时可向其中加入适量乙醚,降低有机相密度,而便于分层。

对于微溶于水的低级酯类与水形成的乳化液,可通过加入少量氯化钠、硫酸铵等无机盐的方法,促其分层。

八、快速干燥仪器

当实验中急需使用干燥的仪器,又来不及用常规方法烘干时,可先用少量无水乙醇冲洗仪器内壁两次,再用少量丙酮冲洗一次,除去残留的乙醇,然后用电风吹片刻,即可达到干燥效果。

九、稳固水浴中的烧瓶

当用冷水或冰浴冷却锥形瓶中的物料时,常会由于物料量少、浴液浮力大而使烧瓶漂

起,影响冷却效果,有时还会发生烧瓶倾斜灌入溶液的事故。如果用长度适中的铅条做成一个小于锥形烧瓶底径的圆圈,套在烧瓶上,就会使烧瓶沉入溶液中。若使用的容器是烧杯,则可将圆圈套住烧杯,用铁丝挂在烧杯口上,使其稳固并达到充分冷却的目的。

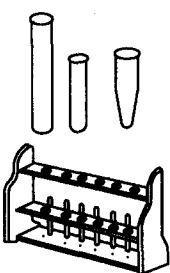
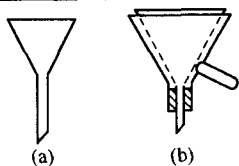
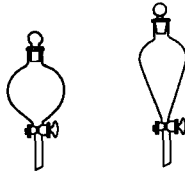
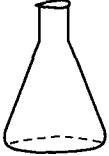
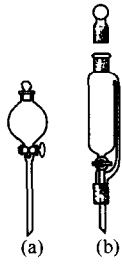
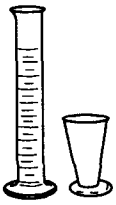
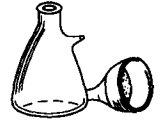
十、制作简易的恒温冷却槽

当某些实验需要恒温槽的温度较长时间保持低于室温时,用冷水或冰浴冷却往往达不到的效果。这时可自制一个简易的恒温冷却槽:用一个较大些的纸箱(试剂或仪器包装箱即可)作外槽,把恒温槽放入纸箱中作内槽,内外槽之间放上适量干冰,再用泡沫塑料作保温材料,填充空隙并覆盖住上部。干冰的用量可根据实验所需温度与时间来调整。这种冷却槽制作简便,保温效果好。

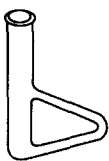
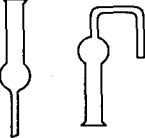
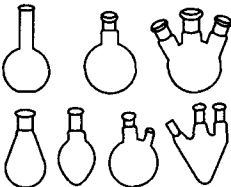
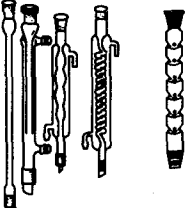
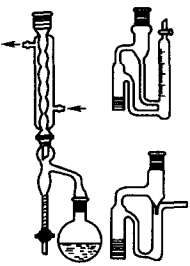
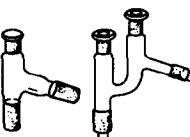
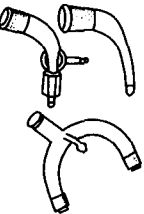
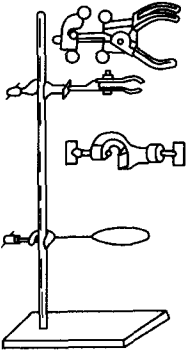
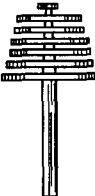
第五节 有机化学实验常用玻璃仪器和其他器材

有机化学实验常用玻璃仪器和其他器材的名称、图示和主要用途等见表 1-1。

表 1-1 常用玻璃仪器和器材

名称与图示	主要用途	备注	名称与图示	主要用途	备注
 试管和试管架	用于少量试剂的反应容器或收集少量气体 试管架用于承放试管	可用于直接加热	 (a) (b) 漏斗	(a)用于普通过滤或将液体倾入小口容器中;(b)用于保温过滤	(a)不能用火直接加热;(b)可用小火加热支管处
 烧杯	用于溶解固体、配制溶液、加热或浓缩液体	可放在石棉网或电炉上直接加热	 圆形分液漏斗和梨形分液漏斗	用于液体的洗涤、萃取和分离。有时也可用于滴加液体	不能直接用火加热,活塞不能互换
 锥形瓶	用于贮存液体、混合液体及少量溶液的加热,也可用作反应器	可放在石棉网或电炉上直接加热,但不能用于减压蒸馏	 (a) (b) 滴液漏斗	用于滴加液体。其中(b)为恒压滴液漏斗,当反应体系内有压力时,仍可顺利地加液体	不能直接用火加热,活塞不能互换
 量筒和量杯	量取液体	不能加热,不能作反应容器	 吸滤瓶和布氏漏斗	用于减压过滤	不能直接用火加热

续表

名称与图示	主要用途	备注	名称与图示	主要用途	备注
 熔点测定管	用于测定熔点		 干燥管	盛放干燥剂, 用于无水反应装置中	
 烧瓶	在常温或加热条件下作反应容器, 多口的可装配温度计、冷凝管和搅拌器等	平底的不耐压, 不能用于减压蒸馏	 蒸发皿	蒸发或浓缩溶液用, 也可用于灼烧固体	耐高温, 但不宜骤冷
 冷凝管 分馏柱	冷凝管用于蒸馏、回流装置中 分馏柱用于分馏装置中	普通蒸馏常用直形冷凝管; 回流常用球形冷凝管; 沸点高于 140℃ 时常用空气冷凝管	 研钵	用于混合、研磨固体物质	常为玻璃或瓷质, 不能加热
 水分离器	用于分离酯化反应中生成的水		 水浴锅	用于盛装溶液	
 蒸馏头	与烧瓶组合后用于蒸馏	二口的为克氏蒸馏头, 可用作减压蒸馏	 三角架 石棉网	常配合使用, 承放受热容器并使其受热均匀	
 接液管	用于蒸馏中承接冷凝液。带支管的用于减压蒸馏中		 铁架台、铁圈及铁夹	用于固定仪器。铁圈还可以承放容器和漏斗	
			 钻孔器	用于塞子钻孔	