



高职高专“十三五”规划教材

有机化学实验教程

周代营 主编 李永冲 主审



化学工业出版社

高职高专“十三五”规划教材

有机化学实验教程

周代营 主 编
李永冲 主 审



化学工业出版社

· 北 京 ·

《有机化学实验教程》共分为三部分。第一部分主要介绍有机化学实验的一般知识。第二部分是有机化学基础实验,内容包括有机化合物的物理性质测定、化学性质实验及分离与提纯。第三部分是有机合成实验,包括卤化、酯化、缩合、氧化、还原、硝化与水解反应及综合性实验,每类反应之后均附有阅读材料。

本书可作为高职高专药学及药品生产技术、化学化工、环境及相关专业的有机化学实验教材,也可供从事有机化学实验室工作或从事化学研究工作的人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验教程/周代营主编. —北京:化学工业出版社, 2016. 9
ISBN 978-7-122-27697-1

I. ①有… II. ①周… III. ①有机化学-化学实验-教材 IV. ①062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 172317 号

责任编辑:蔡洪伟
责任校对:宋 玮

文字编辑:陈 雨
装帧设计:张 辉

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 装:三河市延风印装有限公司
787mm×1092mm 1/16 印张 6 $\frac{1}{4}$ 字数 145 千字 2016 年 10 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 22.00 元

版权所有 违者必究

《有机化学实验教程》编写人员

主 编 周代营

主 审 李永冲

副 主 编 陈优生 赖谷仙 蔡宗平

编写人员 (按姓氏汉语拼音排序)

蔡宗平(广东环境保护工程职业学院)

陈优生(广东食品药品职业学院)

郭庆亮(广东食品药品职业学院)

黄秋妹(广东食品药品职业学院)

赖谷仙(茂名职业技术学院)

马 娟(广东食品药品职业学院)

王 希(广东食品药品职业学院)

叶志钧(广东环境保护工程职业学院)

周代营(广东食品药品职业学院)



前言 FOREWORD

有机化学是一门以实验为基础的学科，实验教学在整个化学教学环节中占有重要的、特殊的地位，不仅要使学生加深对基本理论和概念的理解，更重要的是培养学生的实践能力和创新精神。化学实验系列课程是高职高专化学教育中培养实验技能、科学思维与方法、创新意识与能力，全面提高学生化学素质教育的教学形式之一。因此，必须为学生提供一个全新的、科学的实验教学体系，而实施实验教学体系的基础在于实验教材的改革。

本教材根据高职高专药学及药品生产技术、化学化工及环境类有机化学实验课程的特点，“以服务为宗旨，以就业为导向，以能力为核心”的人才培养目标及“工学结合”的人才培养模式，结合制药、化工、分析检测等专业领域相关岗位职业能力的要求编著而成，以作为与《有机化学》理论课程配套的一本实验教材。

本教材由有机化学实验的一般知识、有机化学基础实验和常见有机合成实验三部分组成。第一部分介绍有机实验试剂及玻璃仪器常识、安全知识及注意事项和实验预习、实验记录和实验报告的撰写，并附有一个阅读材料，介绍有机化学实验室废弃物处理方面的知识，让学生从实验源头上树立起减少和避免污染的思想。第二部分是有机化学基础实验，包括有机化合物的物理性质测定、化学性质实验和有机化合物的分离与提纯。第三部分为有机合成实验，提供包括卤化、酯化、缩合、氧化、还原、硝化与水解在内的有机合成实验，其中绝大部分较复杂并具有一定的难度，旨在进一步强化实验操作，掌握实验方法，着重对实验结果进行科学分析、逻辑推理，最后得出结论，从而培养学生分析问题与解决问题的能力。另外每类反应之后均附有阅读材料，阅读材料信息量大，具有一定的参考价值。本书最后附有3个附录，这些附录在有机化学实践中有较高的使用频率。

本书由周代营任主编并负责全书统稿。具体编写分工如下：周代营编写第1章；赖谷仙编写第2章第一、二节；黄秋妹编写第2章第三节；马娟编写第3章第一节；陈优生编写第3章第二节；蔡宗平编写第3章第三节及知识链接；王希编写第3章第四节；郭庆亮编写第3章第五节；叶志钧编写第3章第六、七节。

广东食品药品职业学院实训中心基础化学教研室主任李永冲高级实验师担任本书的主

审，对书稿提出了宝贵的意见，在此致以深切的谢意！本书编写时参考了大量的相关专著和文献资料，在此向作者一并表示衷心感谢。

本书可作为高职高专药学及药品生产技术、化工、环境及相关专业的有机化学实验教材，也可供从事化学实验室工作或从事化学研究工作的人员参考。

鉴于编者对高等职业教育的理解及学术水平有限，加之编写时间仓促，书中的错误与不妥之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2016 年 4 月



目录 CONTENTS

第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验试剂及玻璃仪器常识	1
1.1.1 有机化学试剂的特有性质	1
1.1.2 常用有机试剂的纯度与标准	3
1.1.3 常用玻璃仪器及玻璃仪器的洗涤和干燥	4
1.2 有机化学实验应注意的基本事项	8
1.2.1 实验室的一般事项	8
1.2.2 危险物质和危险装置的使用	9
1.2.3 火灾、爆炸、化学毒害与污染	11
1.2.4 事故的预防和处理	12
1.3 实验预习、实验记录和实验报告	13
1.3.1 实验预习与预习报告	13
1.3.2 有机化学实验常用网络资源	13
1.3.3 实验记录及实验报告	14
知识链接 有机化学实验室废弃物的处置	15

第2章 有机化学基础实验

2.1 有机化合物的物理性质测定	18
2.1.1 熔点的测定和温度计的校正	18
2.1.2 沸点的测定	21
2.1.3 折射率的测定	22
2.1.4 旋光度的测定	25
知识链接 蒸馏装置的安装及使用常识	27
2.2 有机化合物的化学性质实验	29

2.2.1 醇和酚的化学性质	29
2.2.2 醛和酮的性质	31
2.2.3 羧酸及其衍生物的性质	32
2.2.4 糖的性质	34
知识链接 有机化合物的干燥及干燥剂的使用	35
2.3 有机化合物的分离与提纯	37
2.3.1 萃取	37
2.3.2 重结晶	39
2.3.3 水蒸气蒸馏	41
2.3.4 从番茄酱中提取番茄红素和 β -胡萝卜素及其薄层分析	42
阅读材料 中国有机化学家黄鸣龙	44

第3章 常见有机合成实验

3.1 卤化反应	46
3.1.1 氯代叔丁烷的制备	46
3.1.2 1-溴丁烷的制备	47
3.1.3 对氯苯酚的制备	50
知识链接 卤化剂种类	52
3.2 酯化反应	52
3.2.1 乙酸乙酯的制备	53
3.2.2 乙酰苯胺的制备	55
3.2.3 阿司匹林的制备	57
3.2.4 贝诺酯的制备	58
案例分析 龙脑酯化反应岗位冲料爆炸事故案例	60
3.3 缩合反应	62
3.3.1 呋喃丙烯酸制备	62
3.3.2 苯妥英钠的制备	63
3.3.3 肉桂酸的制备	65
知识链接 常见的缩合反应类型	66
3.4 氧化反应	68
3.4.1 苯甲酸的制备	68
3.4.2 环己酮的制备	69
知识链接 判定司机是否酒后驾车的检测方法	71
3.5 还原反应	71
3.5.1 二苯甲醇的制备	71
3.5.2 氢化肉桂酸的制备	72
知识链接 诺贝尔化学奖得主、催化氢化专家萨巴蒂埃	74
3.6 硝化与水解	74
3.6.1 对硝基苯乙腈的制备	74

3.6.2 蔗糖的水解反应	76
知识链接 组合化学、抗生素药物的发现	78
3.7 其他合成实验.....	79
3.7.1 盐酸普鲁卡因的制备	79
3.7.2 对氨基苯甲酸乙酯的制备	81
3.7.3 2-硝基-1,3-苯二酚的制备	83
知识链接 药物合成策略与方法的新发展	85
附录1 常用有机溶剂的沸点、溶解性和毒性	87
附录2 常用有机试剂的性质与制备纯化	88
附录3 各类有机化合物的常用鉴别方法	90
参考文献	91



第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验试剂及玻璃仪器常识

有机化学实验经常使用易燃易爆、有毒和腐蚀性的有机试剂，实验仪器大部分都是玻璃仪器，容易破损，因此在有机实验中存在割伤、烫伤、烧伤、着火等安全隐患，但只要充分了解有机化学实验中化学试剂及玻璃仪器常识，提前做好实验预习，严格遵守操作规范，实验时认真操作，仔细观察实验现象，积累经验，就能很好地维护实验的安全。

1.1.1 有机化学试剂的特有性质

有机化学实验中用到的有机试剂品种很多，与无机物相比较，有机试剂熔点低，不易导电，受热易分解，绝大多数可燃，主要有以下特征：

1.1.1.1 易燃性

绝大多数有机试剂是可燃甚至易燃的，其中有少数还会由于燃烧过快而发生燃爆。对于起火燃烧危险性大小划分主要有以下概念：

(1) **自燃点** 分为受热自燃和自热自燃两种情况。前者指样品受热引起燃烧的最低温度；后者指样品在空气中由于氧化作用产生的热量积累，自动升温，终致起火燃烧的最低温度。自燃点越低，起火燃烧的危险性越大。

(2) **闪点** 指液体或挥发性固体的蒸气在空气中出现瞬间火苗或闪光的最低温度。若温度高于闪点，试剂随时都可能被点燃。试剂闪点在 -4°C 以下的为一级易燃品；在 $-4\sim 21^{\circ}\text{C}$ 的为二级易燃品；在 $21\sim 93^{\circ}\text{C}$ 的为三级易燃品。实验室中常用的有机溶剂大多为一级易燃液体。测定闪点有开杯和闭杯两种方式，查阅相关文献即可推测某种具体的有机试剂起火燃烧的危险性大小。

(3) **火焰点** 在开杯试验中若出现的火苗能持续燃烧，则可持续燃烧5s以上的最低温度称为火焰点，也叫着火点。当试剂的闪点在 100°C 以下时，火焰点与闪点相差甚微，当闪点在 100°C 以上时，火焰点一般高出闪点 $5\sim 20^{\circ}\text{C}$ 。

1.1.1.2 爆炸性

(1) 燃爆 燃爆指易燃气体或蒸气在空气中由于燃烧太快，产生的热量来不及散发而导致的爆炸。易燃气体或易燃液体的蒸气与空气混合，在一定的浓度范围内遇到明火即发生爆炸，而低于或高于这个浓度范围则不会爆炸，这个浓度范围称为爆炸极限或燃爆极限。爆炸极限通常以体积百分浓度来表示，其浓度范围越宽，则发生爆炸的危险性就越大。

(2) 自爆 亚硝基化合物、多硝基化合物和叠氮化合物在较高温度或遇到撞击时会自行爆炸；金属钾、钠在遇水时会剧烈反应而发生爆炸；干燥的重氮盐不稳定，受热或震动易爆炸；过氧化物在浓缩到一定程度或遇到较强还原剂时会剧烈反应而发生爆炸。此外，氯酸、高氯酸、氮的卤化物、多炔烃等化合物在一定的条件下也易发生爆炸。

1.1.1.3 化学毒性

实验室中所用的化学试剂除葡萄糖等极少数之外都是有毒的。试剂的化学毒性有急性毒性、亚急性毒性、慢性毒性和特殊毒性之分，此处只介绍急性毒性和慢性毒性的一般常识。

(1) 急性毒性 急性毒性指以饲喂、注射、涂皮等方式对试验动物施药一次所造成的伤害情况。最常见的标度方法是 LD₅₀ (lethal dose, 半数致死量)，单位是 mg/kg。其物理意义是施药一次造成半数 (50%) 试验动物死亡时，平均每千克体重的试验动物所用的样品的毫克数，一般都同时注明动物种类和施毒方式，例如，三乙胺的 LD₅₀ 为 460mg/kg (orally in mice)。不同种动物，不同的施药方式，则有一些近似的折算方法，可参看相关专著。根据半数致死量的大小将急性毒性分为五个等级 (见表 1-1)。

表 1-1 急性毒性的五个等级

毒性级别	大鼠一次经口 LD ₅₀ /(mg/kg)	大鼠吸入 4h LD ₅₀ /(mg/kg)	兔涂皮时 LD ₅₀ /(mg/kg)	对人的可能致死量	
				每千克体重/g	60kg 体重的总量/g
剧毒	<1	<10	<5	0.05	0.1
高毒	1~50	10~100	5~44	0.05~0.5	3
中等毒	50~500	100~1000	44~350	0.5~5	30
低毒	500~5000	1000~10000	350~2180	5~15	250
微毒	>5000	>10000	>2180	>15	1000

注：摘自龚梓初等编写的《化学物质毒性全书》，上海科学技术文献出版社，1991。

(2) 慢性毒性 慢性毒性指长期反复接触的样品对人体所造成的伤害情况，用极限安全值或阈限值 (threshold limit value, TLV) 来标度，即在工作环境的空气中含此毒物的蒸气或粉尘所能允许的最大浓度。在此浓度以下，操作者长期反复接触 (以每天 8h，每周 5d 计) 而不造成危害。其单位是 mg/m³，即每立方米空气中含此毒物的毫克数。其数值越小，则慢性毒性越大。在较早的文献中，也有以 ppm 为单位的。如有必要，可按下列式折算：

$$\text{ppm} = \frac{22.4}{\text{毒性的相对分子质量}} \times \text{mg/m}^3$$

1.1.1.4 酸碱性、刺激性

有机强酸如磺酸、冰醋酸等具有相当强的酸性和腐蚀性以及刺激性气味；有机强碱如胺类等具有很强的碱性，并往往带有强烈的恶臭等；许多有机化合物可以通过皮肤被吸收，有的直接对黏膜有刺激性 (化学危险品刺激作用的分级见表 1-2)，使用时必须有防护措施，

同时也应在通风橱内取用这些化合物。

表 1-2 化学危险品刺激作用的分级 (根据对人和动物的刺激阈浓度)

单位: mg/m^3

分级	人主观感受刺激	家兔呼吸速率改变	大鼠呼吸系统改变	猫唾液分泌增加
I 极强刺激	<20	<500	<50	<900
II 强刺激	20~200	500~5000	50~500	900~9000
III 中等刺激	201~2000	5001~50000	501~5000	9001~90000
IV 弱刺激	>2000	>50000	>5000	>90000

注:摘自经济互助委员会、公共卫生协作常设委员会,《工业毒理学问题》(英文),GKNT,莫斯科,1986。

以上这些易燃、易爆、有毒、有刺激性的有机化合物在其标签说明上都有相应图示标记,使用前应充分注意和熟悉。在 Aldrich、Sigma 等常用的化学试剂目录手册中均有各种有机化合物易燃、毒性和刺激性等说明,应养成经常翻阅化学参考书、工具书和手册的习惯,这对了解有机化合物的知识与性质,采用相应的防护方法大有帮助。

1.1.2 常用有机试剂的纯度与标准

试剂规格又称试剂级别或类别,一般按实际的用途或纯度、杂质含量来划分规格标准。

各国生产化学试剂的大公司,均有自己的试剂标准,我国也有我国的化学试剂标准。近年来,我国化学试剂标准委员会正在逐步修正我国的试剂标准,尽可能与国际接轨,统一标准。我国的化学试剂标准分为国家标准、行业标准和企业标准三种。

1.1.2.1 国家标准

国家标准的代号是“GB”,系取自“国标”两字的汉语拼音的第一个字母。其编号采用顺序号加年代号,中间用一横线分开,都用阿拉伯数字。如 GB 2299—80 高纯硼酸,表示国家标准 2299 号,1980 年颁布。《中华人民共和国国家标准·化学试剂》制订、出版于 1965 年,1971 年《国家标准·化学试剂汇编》出版,1978 年净增订分册陆续出版,1990 年又以《化学工业标准汇编·化学试剂》(第 13 册)问世。它将化学试剂的纯度分为 5 级,即高纯、基准、优级纯、分析纯和化学纯,其中优级纯相当于默克标准的保证试剂(BR)。《中华人民共和国国家标准·化学试剂》是我国最权威的一部试剂标准。它的内容除试剂名称、形状、分子式、分子量外,还有技术条件(试剂最低含量和杂质最高含量等)、检验规则(试剂的采样和验收规则)、试验方法、包装及标志 4 项内容。

1.1.2.2 行业标准

化工行业标准的代号是“HG”,系取自“化工”两字的汉语拼音的第一个字母,编号形式与国家标准相同。

1.1.2.3 企业标准

企业标准由省化工厅(局)或省、市级标准局审批、发布,在化学剂行业或一个地区内执行。企业标准的代号采用分数形式“Q/HG”,Q、HG 各系取自“企”“化工”字汉语拼音的第一个字母,编号形式与国家标准相同。

在这 3 种标准中,行业标准不得与国家标准相抵触;企业标准不得与国家标准和行业标准相抵触。

按照国家标准,根据试剂中所含杂质的多少,试剂划分为四个等级,级别、中文名称、

英文名称、标签颜色和主要用途的说明见表 1-3。

表 1-3 国内生产的试剂的等级及主要用途

试剂级别	中文名称	代号及英文名称	标签颜色	主要用途
一级品	保证试剂 “优级纯”	G. R. (guaranteed reagent)	绿	作为基准物质,用于分析鉴定及精密的科学研究
二级品	分析试剂 “分析纯”	A. R. (analytical reagent)	红	用于分析鉴定及要求高的药物合成实验和科学研究
三级品	化学纯粹试剂 “化学纯”	C. P. (chemically pure)	蓝	用于要求较低的分析试验和较高的药物及其中间体的合成
四级品	实验试剂	L. R. (laboratory reagent)	棕、黄或其他	适用于一般性的有机化合物的合成实验和科学研究

1.1.3 常用玻璃仪器及玻璃仪器的洗涤和干燥

1.1.3.1 常见实验仪器

(1) 实验室常用的标准磨口玻璃仪器 有机化学实验常用的仪器中,大部分为玻璃制品和一些瓷质类仪器。瓷质类仪器包括蒸发皿、布氏漏斗、瓷坩埚、瓷研钵等。玻璃仪器种类很多,按用途大体可分为容器类、量器类和其他仪器类。

容器类包括试剂瓶、烧杯、烧瓶等。根据它们能否受热又可分为可加热的仪器和不宜加热的仪器。

量器类有量筒、移液管、滴定管、容量瓶等。量器类一律不能受热。

其他仪器包括具有特殊用途的玻璃仪器,如冷凝管、分液漏斗、干燥器、分馏柱、砂芯漏斗、标准磨口玻璃仪器等。

标准磨口玻璃仪器,是具有标准内磨口和外磨口的玻璃仪器。标准磨口是根据国际通用技术标准制造的,国内已经普遍生产和使用,使用时根据实验的需要选择合适的容量和口径。相同编号的磨口仪器,它们的口径是统一的,连接是紧密的,使用时可以互换,用少量的仪器可以组装多种不同的实验装置,通常应用在有机化学实验中。目前常用的是锥形标准磨口,其锥度为 1 : 10,即锥体大端直径与锥体小端直径之差:磨面锥体的轴向长度为 1 : 10。根据需要,标准磨口可以制作成不同的大小。通常以整数数字表示标准磨口的系列编号,这个数字是锥体大端直径(以 mm 为单位)最接近的整数。常用标准磨口系列见表 1-4。

表 1-4 常用标准磨口系列

编 号	10	12	14	19	24	29	34
口径(大端)/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

有时也用 D/H 两个数字表示标准磨口的规格,如 14/23,即大端直径为 14.5mm,锥体长度为 23mm。

化学实验室常用的玻璃仪器及其他简单仪器如图 1-1 所示。

使用标准玻璃磨口仪器时应注意:

- ① 磨口必须清洁无杂物,若有固体残渣,会使磨口对接不严密,导致漏气或破损。



图 1-1

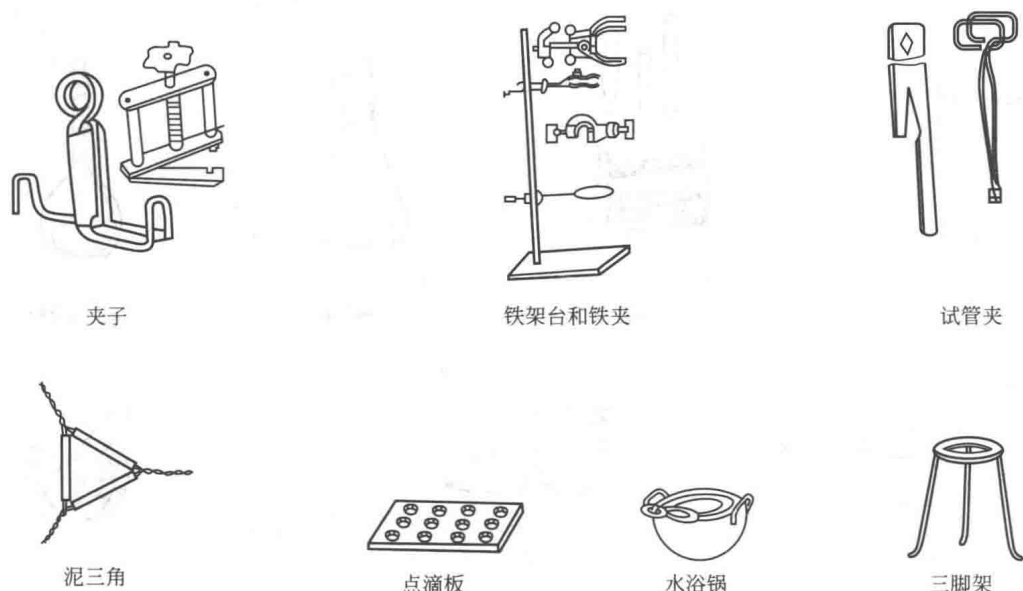


图 1-1 常用的标准磨口玻璃仪器

② 用后立即拆卸洗净，否则，磨口对接处常会粘牢，难以拆卸，各个部件分开存。

③ 一般使用磨口仪器无需涂润滑剂，以免污染反应物，若反应中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处遭碱腐蚀粘牢而无法拆开。

④ 安装仪器时，应按先下后上，先中间后两旁的顺序，装配要求严密、正确、整齐和稳妥，并保证磨口连接处不受压力，否则易使仪器磨口破损。

(2) 普通玻璃仪器 尽管标准磨口仪器已普遍使用，但它不可能完全取代普通玻璃仪器，如量筒、烧杯、表面皿等。

锥形瓶，也称三角烧瓶，常用于贮存溶液、少量溶液加热、常压蒸馏的接收器以及重结晶操作，因锥形瓶的瓶底较薄、不耐压，切勿用于减压蒸馏，以免炸裂。

玻璃漏斗，经常用于添加液体或普通过滤；如需要保温过滤，要用短颈漏斗或热水浴漏斗，热水浴漏斗是在普通玻璃漏斗的外围装上一个铜质的外壳，外壳与漏斗之间装水，用燃气灯加热侧面的支管，以保持所需要的温度。

布氏 (büchner) 漏斗 (一般由陶瓷制成) 与吸滤瓶组合可用于减压过滤。

提勒 (thiele) 管，又称 b 形管，通常用于测定熔点。

1.1.3.2 玻璃仪器的使用常识

实验中所使用的玻璃仪器及塑料器皿清洁与否，直接影响实验结果，往往由于器皿的不清洁或被污染而导致较大的实验误差，甚至会出现相反的实验结果。因此，实验用器皿的洗涤清洁工作是十分重要的基础操作，是做好实验的前提及实验成败的关键之一。

(1) 洁净剂及使用范围 最常用的洁净剂有肥皂、洗衣粉、去污粉、肥皂液、洗液和有机溶剂等。

肥皂、洗衣粉、去污粉、肥皂液用于可以用刷子直接刷洗的仪器，如烧杯、三角瓶、试剂瓶等。洗液多用于不便使用刷子洗刷的仪器，如滴定管、移液管、容量瓶、蒸馏器等特殊形状的仪器，也用于洗涤长久不用的杯皿器具和刷子刷不下的结垢。用洗液洗涤仪器，是利用洗液本身与污物起化学反应的作用，将污物去除，因此需要浸泡一定的时间使其充分作

用。有机溶剂是针对污物属于某种类型的油腻性，而借助有机溶剂能溶解油脂的特点洗除之，或借助某些有机溶剂能与水混合而又挥发快的特殊性，冲洗一下带水的仪器将其洗去。如甲苯、二甲苯、汽油等可以洗油垢，酒精、乙醚、丙酮可以冲洗刚洗净而带水的仪器。

(2) 洗涤液的制备及使用注意事项 洗涤液简称洗液，根据不同的要求有各种不同的洗液，将较常用的几种介绍如下。

① 强酸氧化剂洗液。强酸氧化剂洗液是用重铬酸甲 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 和浓硫酸 (H_2SO_4) 配成。 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 在酸性溶液中，有很强的氧化能力，对玻璃仪器又极少有侵蚀作用，所以这种洗液在实验室内使用广泛。配制浓度各有不同，从 5%~12% 的各种浓度都有。配制方法大致相同：取一定量的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (工业品即可)，先用 1~2 倍的水加热溶解，稍冷后，将工业品浓 H_2SO_4 所需体积数缓缓加入 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中 (千万不能将水或溶液加入浓 H_2SO_4 中)，边倒边用玻璃棒搅拌，并注意不要溅出，混合均匀，待冷却后，装入洗液瓶备用。新配制的洗液为红褐色，氧化能力很强。当洗液用久后变为黑绿色，即说明洗液无氧化洗涤能力。

例如，配制 12% 的洗液 500mL。取 60g 工业品 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 置于 100mL 水中 (加水量不是固定不变的，以能刚好溶解为准)，加热溶解，冷却，缓缓加入浓 H_2SO_4 340mL，边加边搅拌，冷却后装瓶备用。

这种洗液在使用时要切记不能溅到身上，以防“烧”破衣服和损伤皮肤。洗液倒入要洗的仪器中，应使仪器内壁全浸洗后稍停一会再倒回洗液瓶。第一次用少量水冲洗刚浸洗过的仪器后，废水不要倒在水池里和下水道里，长久会腐蚀水池和下水道，应倒在废液缸中，缸满后倒在相应的回收装置中。

② 碱性洗液。碱性洗液用于洗涤有油污物的仪器，用此洗液是采用长时间 (24h 以上) 浸泡法或者浸煮法。从碱洗液中捞取仪器时，要戴乳胶手套，以免烧伤皮肤。

常用的碱洗液有：碳酸钠 (Na_2CO_3 ，纯碱) 液、碳酸氢钠 (NaHCO_3 ，小苏打) 液、磷酸钠 (Na_3PO_4 ，磷酸三钠) 液、磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4) 液等。

③ 碱性高锰酸钾洗液。用碱性高锰酸钾作洗液，作用缓慢，适合用于洗涤有油污的器皿。配方：取高锰酸钾 (KMnO_4) 4g 加少量水溶解后，再加入 10% 氢氧化钠 (NaOH) 溶液 100mL。

④ 纯酸、纯碱洗液。根据器皿污垢的性质，直接用浓盐酸 (HCl) 或浓硫酸 (H_2SO_4)、浓硝酸 (HNO_3) 浸泡或浸煮器皿 (温度不宜太高)。纯碱洗液多采用 10% 以上的浓烧碱 (NaOH)、氢氧化钾 (KOH) 或碳酸钠 (Na_2CO_3) 液浸泡或浸煮器皿 (可以煮沸)。

⑤ 有机溶剂。带有脂肪性污物的器皿，可以用汽油、甲苯、二甲苯、丙酮、酒精、三氯甲烷、乙醚等有机溶剂擦洗或浸泡。但用有机溶剂作为洗液浪费较大，能用刷子洗刷的大件仪器尽量采用碱性洗液，只有无法使用刷子的小件或特殊形状的仪器才使用有机溶剂洗涤，如移液管尖头、滴定管尖头、滴定管活塞孔、滴管、小瓶等。

⑥ 洗消液。检验致癌性化学物质的器皿，为了防止对人体的侵害，在洗刷之前应使用对这些致癌性物质有破坏分解作用的洗消液进行浸泡，然后再进行洗涤。在食品检验中经常使用的洗消液有：1% 或 5% 次氯酸钠 (NaOCl) 溶液、20% HNO_3 和 2% KMnO_4 溶液。

— 1% 或 5% NaOCl 溶液对黄曲霉素有破坏作用。用 1% NaOCl 溶液对污染的玻璃仪器浸泡半天或用 5% NaOCl 溶液浸泡片刻后，即可达到破坏黄曲霉毒素的作用。配方：取漂白粉 100g，加水 500mL，搅拌均匀，另将工业用 Na_2CO_3 80g 溶于 500mL 温水中，再将两液

混合, 搅拌, 澄清后过滤, 此滤液含 NaOCl 为 2.5%; 若用漂粉精配制, 则 Na_2CO_3 的质量应加倍, 所得溶液浓度约为 5%; 如需要 1% NaOCl 溶液, 可将上述溶液按比例进行稀释。

20% HNO_3 溶液和 2% KMnO_4 溶液对苯并芘有破坏作用, 被苯并芘污染的玻璃仪器可用 20% HNO_3 浸泡 24h, 取出后用自来水冲去残存酸液, 再进行洗涤。被苯并芘污染的乳胶手套及微量注射器等可用 2% KMnO_4 溶液浸泡 2h 后, 再进行洗涤。

(3) 洗涤玻璃仪器的步骤与要求

① 常法洗涤仪器。洗刷仪器时, 应首先将手用肥皂洗净, 免得手上的油污附在仪器上, 增加洗刷的困难。如仪器长久存放附有尘灰, 先用清水冲去, 再按要求选用洁净剂洗刷或洗涤。如用去污粉, 将刷子蘸上少量去污粉, 将仪器内外全刷一遍, 再边用水冲边刷洗至肉眼看不见去污粉时, 用自来水洗 3~6 次, 再用蒸馏水冲 3 次以上。一个洗干净的玻璃仪器, 应该以挂不住水珠为准。如仍能挂住水珠, 则需要重新洗涤。用蒸馏水冲洗时, 要用顺壁冲洗方法并充分震荡, 经蒸馏水冲洗后的仪器, 用指示剂检查应为中性。

② 作痕量金属分析的玻璃仪器, 使用 (1:1)~(1:9) HNO_3 溶液浸泡, 然后进行常法洗涤。

③ 进行荧光分析时, 玻璃仪器应避免使用洗衣粉洗涤 (因洗衣粉中含有荧光增白剂, 会给分析结果带来误差)。

④ 分析致癌物质时, 应选用适当洗消液浸泡, 然后再按常法洗涤。

(4) 玻璃仪器的干燥 玻璃仪器应在每次实验完毕后洗净干燥备用。不同实验对干燥有不同的要求, 一般定量分析用的烧杯、锥形瓶等仪器洗净即可使用, 而用于食品分析的仪器很多要求是干燥的, 有的要求无水痕, 有的要求无水。应根据不同要求进行仪器干燥。

① 晾干。不急用的仪器, 可用蒸馏水冲洗后自然干燥。可用安有木钉的架子或带有透气孔的玻璃柜放置仪器。

② 烘干。洗净的仪器控去水分, 放在烘箱内烘干, 烘箱温度为 105~110℃, 烘 1h 左右, 也可放在红外灯干燥箱中烘干。此法适用于一般仪器。称量瓶等在烘干后要放在干燥器中冷却和保存。带实心玻璃塞的厚壁仪器烘干时要注意慢慢升温并且温度不可过高, 以免破裂。量器不可放于烘箱中烘。

硬质试管可用酒精灯加热烘干, 要从底部烤起, 把管口向下, 以免水珠倒流使试管炸裂, 烘到无水珠后把试管口向上赶净水气。

③ 热 (冷) 风吹干。对于急于干燥的仪器或不适于放入烘箱的较大的仪器可用吹干的办法。通常用少量乙醇、丙酮或乙醚倒入已除去水分的仪器中摇洗, 然后用电吹风机吹, 开始用冷风吹 1~2min, 当大部分溶剂挥发后吹入热风至完全干燥, 再用冷风吹去残余蒸汽, 不使其又冷凝在容器内。

1.2 有机化学实验应注意的基本事项

1.2.1 实验室的一般事项

为了培养学生良好的实验作风和科学素质, 保证有机化学实验的正常、有效、安全进行, 保证教学质量, 学生必须遵守下列实验室规则。

① 实验前应做好实验准备工作。如结合有关实验内容, 复习理论课中有关的章节, 认