



普通高等教育规划教材

有机及物理化学 实验



EXPERIMENTS FOR ORGANIC CHEMISTRY
AND PHYSICAL CHEMISTRY

郭艳玲 刘雁红 崔玉红 赵占芬 韩 聪 编著

内容提要

本书是根据教育部化学和化工类基础化学实验课程的教学基本要求,并融合多年基础化学实验教学改革成果编写而成的基础化学实验教材。

全书共六部分,包括化学实验基本知识、实验基本操作、有机化学基础实验、基础物理化学实验、综合设计实验和附录。

本书可作为普通高校化学和化工类专业基础化学实验教材,也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机及物理化学实验/郭艳玲等编著. —天津:天津大学出版社, 2008.2

ISBN 978-7-5618-2628-7

I. 有... II. 郭... III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材②物理化学—化学实验—高等学校—教材
IV. 06—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 014771 号

出版发行 天津大学出版社
出 版 人 杨欢
地 址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话 发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742
网 址 www.tjup.com
短信网址 发送“天大”至 916088
印 刷 天津泰宇印务有限公司
经 销 全国各地新华书店
开 本 185mm × 260mm
印 张 16
字 数 400 千
版 次 2008 年 2 月第 1 版
印 次 2008 年 2 月第 1 次
印 数 1—3 000
定 价 27.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

近年来,随着我国高等教育规模的不断扩展,提高教学和人才培养质量已成为高等教育工作者面临的重要课题。大学化学实验教学改革的核⼼是提高实验教学质量,目的是培养实践能力强的创新型人才。随着实验教学改革⼊发展,教材的改革也是其中必不可少的环节。基础化学实验课程是化学、化工、生命科学、环境科学、海洋科学及医药科学等多个学科的必修课程。本书的编写是在近年来面对多个专业的学生所进⼊的教学实践和教学改革的基础上进⼊的。基于以上宗旨,本书的编写做到了以下几点。

全书结构简练,重点突出。从培养创新型人才的角度,系统设计教材内容。全书共分为六部分。第一部分为化学实验基本知识,该部分除常规的化学实验基础知识外,还介绍了实验考核方法、绿色化学实验理念及原则、开放实验室等内容,使学生对化学实验课程的最新要求及特点一目了然。第二部分为实验基本操作,该部分的特点是每个基本操作都设计有一个实验训练内容。本着节约试剂、减少污染的绿色化学实验原则,基本操作实验所需的试剂一般采用上学期合成实验所得的产品或回收试剂。如常压蒸馏所用试剂为自制的乙酸正丁酯,升华所用试剂是自制的咖啡因。第三部分为有机化学基础实验,该部分按照化合物类型进行分类,实验内容与理论课内容一样循序渐进,使学生更易接受。第四部分为基础物理化学实验,该部分在编写过程中进⼊了部分实验内容的改进,重点融入了近几年出现的物理化学实验新仪器和新设备,并注重将计算机技术应用到实验中。第五部分为综合设计实验,旨在提高学生的综合运用知识能力和科技创新能力。第六部分为附录,介绍了一些仪器的使⼊方法以及常用物理常数。

参加本书编写的有郭艳玲、刘雁红、崔玉红、赵占芬、韩聪。具体分工是:郭艳玲编写第二部分一~五,第三部分二~六、十二;刘雁红编写第二部分六~九,第三部分七~十一,第六部分附录二、附录三;崔玉红编写第一部分六,第四部分,第六部分附录一;赵占芬编写第四部分,第五部分,第六部分附录三;韩聪编写第一部分一~五、七~九,第五部分。全书由郭艳玲负责统稿。

本书在编写过程中,得到了王小聪、黄晓南、刘伟、汤红梅等老师的帮助,在此表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏,恳请读者批评指正。

编著者

2008年1月

目 录

第一部分 化学实验基本知识	(1)
一、化学实验室规则	(1)
二、化学实验室安全常识	(2)
三、化学实验的预习、记录和实验报告	(6)
四、化学实验常用的玻璃仪器和设备	(9)
五、实验的考核与成绩评定	(16)
六、实验误差及实验数据的表达与处理	(17)
(一)误差	(17)
(二)测量数据的正确记录与有效数字	(28)
七、常用化学文献简介	(32)
(一)常用化学实验工具书和参考书	(32)
(二)化学类期刊	(33)
八、实验中绿色化学理念及科学素养的培养	(35)
九、开放实验室	(38)
第二部分 实验基本操作	(40)
一、玻璃仪器的洗涤与干燥	(40)
二、简单玻璃工操作	(41)
实验 2-1 玻璃仪器的洗涤与简单玻璃工操作	(43)
三、加热和冷却方法	(44)
四、干燥与干燥剂的使用	(45)
五、液体有机物的分离与提纯	(49)
(一)常压蒸馏	(49)
实验 2-2 液体有机物的干燥与蒸馏	(51)
(二)分馏	(51)
实验 2-3 乙醇的分馏	(53)
(三)水蒸气蒸馏	(53)
实验 2-4 水蒸气蒸馏提纯苯甲醛	(56)
(四)减压蒸馏	(57)
实验 2-5 减压蒸馏 N,N-二甲基甲酰胺	(59)
六、固态有机物的分离与提纯	(60)
(一)重结晶及过滤	(61)
实验 2-6 乙酰苯胺的重结晶	(63)
(二)升华	(64)
实验 2-7 咖啡因的升华	(66)

七、有机物物理常数的测定	(67)
(一)熔点的测定	(67)
实验 2-8 熔点的测定	(70)
(二)沸点的测定	(70)
实验 2-9 微量法液体化合物沸点的测定	(71)
(三)折射率的测定	(72)
实验 2-10 液体化合物折光率的测定	(73)
八、色谱法	(73)
(一)薄层色谱	(73)
实验 2-11 薄层色谱法分离有机化合物	(77)
(二)柱色谱分离法	(78)
实验 2-12 柱色谱法分离有机化合物	(81)
九、无水无氧操作	(81)
第三部分 有机化学基础实验	(83)
一、烯烃的制备	(83)
实验 3-1 环己烯的制备	(83)
二、卤代烃的制备	(85)
实验 3-2 溴乙烷的制备	(86)
实验 3-3 1-溴丁烷的制备	(87)
三、醇的制备	(89)
实验 3-4 2-甲基-2-己醇的制备	(89)
实验 3-5 三苯甲醇的制备	(91)
四、醚的制备	(93)
实验 3-6 正丁醚的制备	(94)
实验 3-7 苯乙醚的制备	(95)
五、酮的制备	(96)
实验 3-8 环己酮的制备	(96)
实验 3-9 苯乙酮的制备	(98)
六、羧酸的制备	(100)
实验 3-10 己二酸的制备	(100)
实验 3-11 肉桂酸的制备	(102)
七、羧酸酯的制备	(103)
实验 3-12 乙酸正丁酯的制备	(104)
实验 3-13 乙酰水杨酸的制备	(105)
八、重氮化反应	(107)
实验 3-14 对氯甲苯的制备	(107)
实验 3-15 甲基橙的制备	(109)
九、酯缩合反应	(111)
实验 3-16 乙酰乙酸乙酯的制备	(112)

十、康尼查罗反应	(114)
实验 3-17 苯甲醇和苯甲酸的制备	(114)
实验 3-18 呋喃甲酸和呋喃甲醇的制备	(117)
十一、天然有机产物的提取	(119)
实验 3-19 从茶叶中提取咖啡因	(120)
实验 3-20 从柑橘皮中提取橙油	(122)
十二、有机化合物的基本性质	(122)
实验 3-21 有机化合物的性质试验	(126)
第四部分 基础物理化学实验	(131)
一、热力学部分	(131)
实验 4-1 燃烧热的测定	(131)
实验 4-2 盐类溶解热的测定	(135)
实验 4-3 差热分析	(139)
实验 4-4 二组分真实液态混合物的气-液平衡相图的绘制	(141)
实验 4-5 二元合金相图	(144)
实验 4-6 动态法测定纯液体饱和蒸气压	(146)
实验 4-7 水饱和蒸气压的简易测定	(149)
实验 4-8 凝固点降低法测定相对分子质量	(150)
实验 4-9 液体粘度的测定	(153)
二、电化学部分	(155)
实验 4-10 原电池电动势的测定及应用	(155)
实验 4-11 电导法测定强电解质溶液的极限摩尔电导率	(160)
实验 4-12 电导滴定	(162)
三、动力学部分	(164)
实验 4-13 旋光法测定蔗糖水解反应速率常数	(164)
实验 4-14 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	(167)
实验 4-15 过氧化氢催化分解反应速率常数的测定	(169)
实验 4-16 丙酮碘化反应速率常数的测定	(172)
四、胶体与表面化学部分	(175)
实验 4-17 最大气泡压力法测定溶液表面张力	(175)
实验 4-18 电导法测定表面活性剂临界胶束浓度(CMC)	(178)
实验 4-19 胶体的制备与性质	(180)
实验 4-20 液体在固体表面接触角的测定	(182)
实验 4-21 流变曲线的测定	(184)
实验 4-22 高分子化合物对胶体的絮凝与保护作用	(186)
实验 4-23 固体在溶液中的吸附	(187)
第五部分 综合设计实验	(190)
实验 5-1 安息香的辅酶催化合成	(190)
实验 5-2 微波辐射合成肉桂酸	(191)

实验 5-3 乙酰二茂铁的合成、纯化与表征	(193)
实验 5-4 烟草中烟碱的提取及衍生物的制备	(195)
实验 5-5 2,4-二氯苯氧乙酸的制备	(197)
实验 5-6 H^+ 浓度对蔗糖水解反应速率的影响	(199)
实验 5-7 粘度法测定水溶性高聚物的平均摩尔质量	(200)
实验 5-8 临界胶束浓度的测定	(202)
实验 5-9 乙酸乙酯的合成及皂化反应活化能的测定	(204)
第六部分 附录	(208)
附录一 物理化学实验仪器	(208)
1. DP-A 系列精密数字压力计	(208)
2. SWJ 数字温度计	(209)
3. 数字电导率仪	(209)
4. 数字电位差综合测定仪	(211)
5. 旋光仪	(212)
6. 723 型分光光度计	(215)
7. 玻璃恒温水浴	(217)
8. 高压钢瓶和氧气减压阀的使用	(218)
附录二 常用有机溶剂的纯化	(219)
附录三 有机及物理化学常用数据表	(224)
附表 6-1 常用元素相对原子质量表	(224)
附表 6-2 常见酸碱溶液密度及百分组成	(225)
附表 6-3 部分共沸混合物的性质	(229)
附表 6-4 典型有机分子中 1H NMR 的化学位移值	(230)
附表 6-5 常见有机物的物理常数	(230)
附表 6-6 1 mol 溶质溶于 200 mol 水中的溶解热	(239)
附表 6-7 水和乙醇的折射率	(239)
附表 6-8 几种液体的折射率(25 $^{\circ}C$, 钠光 $\lambda = 589.3$)	(239)
附表 6-9 凝固点降低常数	(240)
附表 6-10 不同温度下水的蒸气压	(240)
附表 6-11 不同温度下部分液体的密度 $\rho/(10^3 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3})$	(241)
附表 6-12 一些有机化合物的密度与温度的关系	(241)
附表 6-13 不同温度下水的粘度 $\eta/(\text{mPa}\cdot\text{s})$ 和表面张力 $\sigma/(10^{-3} \text{ N}\cdot\text{m}^{-1})$	(242)
附表 6-14 几种液体不同温度下的粘度 $\eta/(\text{mPa}\cdot\text{s})$	(242)
附表 6-15 一些离子在水溶液中的摩尔电导率(无限稀释, $t_0 = 25^{\circ}C$)	(242)
附表 6-16 不同温度下 KCl 溶液的电导率 $\kappa/(10^2 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1})$	(243)
附表 6-17 一些强电解质的离子平均活度系数 $\gamma_{\pm}$	(243)
附表 6-18 不同温度下饱和甘汞电极(SCE)的电极电势	(244)
附表 6-19 甘汞电极的电极电势与温度的关系	(244)
参考文献	(245)

第一部分 化学实验基本知识

化学实验是一门重要的基础实验课,其教学目的在于培养学生掌握化学实验的基本知识和操作技能,掌握一般有机化合物的制备方法、常用物理常数的测定、分离、提纯及分析鉴定的一般方法。同时,化学实验可以加深学生对化学原理的理解,培养学生理论联系实际的能力,使学生学会常用的化学实验方法和测试技术,提高学生的实验操作技能和独立工作能力。通过化学实验课,可以培养学生分析问题、解决问题的能力以及严谨的科学态度和良好的实验习惯。

一、化学实验室规则

化学实验经常会用到一些易燃、易爆、有毒、有害的化学药品以及多种仪器和大量的玻璃制品。若使用不当,很可能发生意外事故。为了保证化学实验教学正常、安全、有序地进行,要求学生遵守如下规则。

(1)进入实验室前,应认真预习,对实验内容、原理、目的、意义、实验步骤、仪器装置、实验注释及安全方面的问题有比较清楚的了解,做到心中有数、思路明晰。

(2)实验中遵守纪律,准时上课,对号就位,按规定拿取仪器并检查。实验前要先按讲义核对仪器和药品,如有缺损及时报告,由实验教师补充和更换。否则,根据学校有关规定由实验者负责赔偿。

(3)实验者要爱惜仪器和药品,复杂的仪器装置和电路应在安装好后请指导教师检查,无误后方可接通电源。

(4)听从指导,仔细观察,积极思考问题,及时做好记录。

(5)对于可能发生的安全隐患要采取严格的防范措施,易燃、易爆物品应隔绝火源。

(6)实验中严禁吸烟和吃零食。

(7)公用实验台面的药品和器械不得随意挪动、带走、丢弃和失散,以免影响其他同学取用。

(8)熟悉水、电、气和灭火器的正确使用方法与摆放位置,掌握灭火、防护和急救的相关知识。严禁将废酸、废碱、废弃固体物弃入水槽。爱护公共设施 and 仪器。若有损坏,按规定赔偿。

(9)有机废液倒入指定的回收容器,积累到一定量后统一处理和回收。

(10)实验完毕后,认真整理实验记录,先将数据交教师审查,合格者方可整理仪器、药品,清洗玻璃仪器,如实填写实验报告,教师签字后方可离开实验室。值日生应对整个实验室进行清扫,关好水、电、门、窗,并经实验室管理人员检查后方可离开。

(11)增强环保意识,遵守环保规定,不得随意排放三废,实验室内保持通风良好,尽可能做到洁净明亮,清新舒适。师生均应培养“绿色化学”和“环境友好化学”意识。

二、化学实验室安全常识

化学实验中经常使用易燃、有毒和腐蚀性试剂。比如乙醚、乙醇、丙酮和苯等溶剂易于燃烧;甲醇、硝基苯、有机磷化合物、有机锡化合物、氰化物等属有毒药品;氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸属易燃易爆气体或药品;氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等属强腐蚀性药品。同时,化学实验中常使用的玻璃仪器易碎、易裂,容易引发伤害、燃烧等各种事故。还有电器设备和煤气等,如果使用不当也易引起触电或火灾。因此,进行化学实验必须树立安全第一的思想,严格遵守实验规则,并熟悉实验中用到的药品和仪器的性能,维护人身和实验室的安全,确保顺利完成实验。

1. 个人安全防护

在实验室里不适宜穿肥大的衣服,应穿工作服。另外,也不要穿拖鞋、凉鞋。要尽可能戴上护眼眼镜。因为实验过程中的不当操作容易引起爆炸、暴沸等,这时破碎的玻璃或飞溅的药品可能会溅入眼睛并对眼睛造成永久伤害,因此应戴上护眼眼镜。在实验室里禁止戴隐形眼镜。如果眼睛里溅入药品,一定要及时处理。

实验室里禁止存放食品、饮料,严禁饮食。

2. 防火

实验室中使用的有机溶剂大部分是易燃的。因此着火是有机合成的常见事故。防火的基本原则如下。

(1)当操作易燃的有机溶剂时要特别注意:实验开始前,应先打开实验室通风扇,实验装置的安装应远离火源。切勿用敞口容器存放、加热或蒸除有机溶剂,否则挥发后的溶剂遇明火后易发生火灾,易着火。实验室常见的易燃溶剂有乙醚、二硫化碳、烃类(己烷、苯、甲苯等)、醇类、酮类(丙酮、丁酮)以及酯类(乙酸乙酯)等。

(2)需要水冷凝的装置,加热前应将冷凝水接通,否则有机溶剂泄漏或大量蒸气来不及冷凝而溢出,易造成火灾。当可燃液体在加热蒸馏和回流时,应确保所有接头紧密且无张力。蒸馏时接引管的出口应远离火源,特别对于低沸点的物质,如乙醚,应该用橡皮管引入下水道或室外。

(3)在移取或添加易燃溶剂时,如乙醚、乙醇和苯等,务必使他们远离或熄灭火源。在加热这些溶剂时不要直接用明火,可以用水浴、空气浴等。

(4)绝不可以加热一个密封的实验装置(即使装有冷凝管),因为加热而导致的压力增加会引起装置炸裂,引发火灾。

(5)用油浴加热,应注意避免水特别是冷凝水的溅入。

(6)凡进行放热反应时,应准备冷水或冷水浴。一旦发现反应失去控制,应将反应器浸在冷水浴中冷却。当用电加热套对装置进行加热时,电加热套应有足够的活动空间,以便在加热剧烈时能方便拆卸。

(7)不得把燃着或带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱丢,也不能丢入废物缸中,否则会发生危险。

(8)由于有机溶剂(如乙醇、乙醚)易燃,在室温时会有较大的蒸气压。如乙醚的沸点只有 $35.6\text{ }^{\circ}\text{C}$,而密度比空气大,所以它往往悬浮于桌面或地面,很难扩散,一旦碰到明火,很容易造

成火灾。故切勿将有机溶剂倒入废物缸中,而应将其倒入回收瓶中。

3. 防爆炸

有些药品因其能与水或其他物质发生爆炸反应,因而具有爆炸危险。碱金属就是一个普通例子。金属钠和水剧烈反应,金属钾与水发生爆炸反应。还有的化合物分子中含有许多氧原子或氮原子,因而能够发生分子内的氧化还原反应,或产生像氮气这样稳定的分子。当这些化合物干燥的时候,对撞击震动较敏感,具有爆炸危险,例如聚氮化合物、苦味酸、炔银等炔金属、叠氮化合物、重氮化合物、过氧化物、过氯酸盐等。

(1)蒸馏装置不能安装成密封体系,应与大气相通。减压蒸馏时要用圆底烧瓶作接收器,不能用锥形烧瓶作接收器。

(2)在一定的比例范围内,一些气体或有机溶剂的蒸气与空气相混时,如遇到一个热的表面或者一个火花、电火花就会引起爆炸。

(3)使用醚类物质时,必须用亚铁氰化钾检查有无过氧化物存在,如果有过氧化物存在时,应用硫酸亚铁除去过氧化物才能使用,以免发生爆炸。对于以过氧化物作引发剂的那些反应,在后续操作中应特别注意。

(4)卤代烷与钠的反应剧烈,易发生爆炸,应分隔放置,金属钠屑须放在指定的地方。

(5)对于易爆炸的固体,如炔化银、炔化亚铜、苦味酸的金属盐、三硝基甲苯等都不能受重压或撞击,以免引起爆炸,残渣必须小心销毁。例如,炔化银、炔化亚铜可用酸使它分解而销毁。

4. 防割伤

玻璃割伤是常见的事故之一。避免玻璃割伤的最基本原则是切记勿对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或张力。当玻璃部件插入橡皮或软木塞时,首先应检查孔径大小是否合适,务必将手握在玻璃部件靠近橡皮或软木塞的部位缓缓旋进。有张力的玻璃仪器在加热时会破碎,因此,安装实验装置时要避免粗心而使装置产生张力。

5. 防腐蚀

处理或使用腐蚀性试剂时一定要戴上防护手套。一旦腐蚀剂溅到皮肤上,应立即用大量的水冲洗干净。无机酸中的硫酸、盐酸、氢溴酸、磷酸和硝酸,有机酸中的羧酸、磺酸都具有腐蚀性。苯酚也相当危险,能导致皮肤灼伤,它的有毒蒸气能够被皮肤吸收。无机碱中的氢氧化钠、氢氧化钾等强碱和硫酸钠、硫酸钾等弱碱,还有有机碱中的胺、羟胺、三乙胺、吡啶等都具有腐蚀性。液溴是非常危险的药品,它能导致皮肤、眼睛灼伤,因此一定要在通风橱里使用。此外,由于它的密度较大,当用滴管转移时,即使不挤乳胶头,都可能因其重力而滴下来,因此要小心使用。氯化亚砷、酰氯、无水三氯化铝以及其他一些试剂,因能与水反应放出氯化氢气体,也具有腐蚀性,并会对呼吸系统产生严重刺激。

6. 防毒

有害和有毒的区别仅仅是程度不同而已。大多数有机化合物都是有害的,有些是相当有害的,因此也就被认为是有毒的药品。通常所见的化合物有很多是有毒性的,因此必须在通风橱里使用。例如,苯、溴、硫酸二甲酯、氯仿、己烷、碘甲烷、汞盐、甲醇、硝基苯、苯酚、氰化钾、氰化钠等。急性中毒与慢性中毒的区别是:急性中毒一般很快就会被觉察,如受浓氨水刺激而感到窒息,就需迅速采取相应措施;慢性中毒一般不易察觉,是长时间处于某环境中而导致对身体长期伤害的积累,因此许多物质被称为致癌物。但也不能因此而否定它们在有机化学实验

中的作用,使用时要格外小心,一定要在通风橱里使用。

当使用通风橱时,尽量将通风橱前面的活动玻璃拉得低一些,这样便会有强劲的气流带走有毒的蒸气或烟雾。总之,如果实验中确实需要一些剧毒药品,一定要事先认真阅读相关教材并理解指导老师的讲解以及实验室安全知识,一旦发生危险应知道如何处置。

众所周知,健康体细胞长期受一定的药品作用会产生肿瘤。然而,从受药品作用到在人体中产生肿瘤可能需要几年、几十年的时间,因此它们的危害并不是立即发生的。在处理这类药品时,要格外仔细、小心。本书中所选的这类试剂都被提醒为致癌物质。也就是说根据经验,这些药品会在人体或动物身上产生肿瘤。下列化合物或衍生物应被认为是致癌物质,如碘甲烷、过氧化物、硫酸二甲酯、甲醛、己烷、苯、芳香胺、苯肼、多环芳烃(蒽、菲等)、硝基化合物、偶氮化合物、重铬酸盐、多卤烃如四氯化碳、氯仿、氯乙烯、硫脲、盐酸氨基脲等。

另外,许多有机化合物对眼睛、皮肤和呼吸道有相当的刺激性,应当尽量避免与这些试剂或其蒸气接触。下列物质应在通风橱中使用:芳香醛和脂肪族醛, α -卤代羰基化合物,异硫氰酸酯,氯化亚砷以及酰氯。有些有机化合物,除了具有刺激性外,还具有相当强的味道或不愉快的气味,通常具有恶臭味。例如,吡啶、苯乙酸、硫酸二甲酯、正丁酸以及许多含硫化合物,这些化合物都应在通风橱中使用。

7. 安全用电常识

1) 关于触电

人体通过 50 Hz 的交流电 1 mA 就有感觉,通电 10 mA 以上使肌肉强烈收缩,通电 25 mA 以上则呼吸困难,甚至停止呼吸,通电 100 mA 以上则使心脏的心室产生纤维性颤动,以致无法救活。直流电在通过同样电流的情况下,对人体也有相似的危害。

防止触电的注意事项如下。

- (1)操作电器时,手必须干燥。手潮湿时,电阻显著减小,容易引起触电。
- (2)一切电源裸露部分都应有绝缘装置(例如,电线接头处应裹上绝缘胶布),所有电器设备的金属外壳应接上地线。
- (3)已损坏的接头或绝缘不良的电线应及时更换。
- (4)修理或安装电器设备时,必须先切断电源。
- (5)不能用试电笔去试高压电。
- (6)实验时,应先连接好电路再接通电源;实验结束时,先切断电源再拆线路。
- (7)进入实验室应该了解清楚电源总闸的具体位置,如果遇到有人触电,应首先立即切断电源,然后进行抢救。

2) 负荷及短路

为防止短路,实验室用电应遵守下列要求。

- (1)物理化学实验室总电闸的最大允许电流为 30 ~ 50 A,一般实验台上分电闸的最大允许电流为 15 A。对于使用功率很大的仪器,应事先计算电流值,否则长期使用超过规定负荷的电流时,容易引起火灾或其他严重事故。
- (2)使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。
- (3)为防止短路,应避免导线间的摩擦,尽可能不使电线、电器受到水淋或浸在导电的液体中;线路中各连接点应牢固,电路元件两端接头不要互相接触。
- (4)若室内有氢气、煤气等易燃易爆气体,应防止产生电火花,否则会引起火灾或爆炸。电

火花经常在电器接触点(如插销)接触不良、继电器工作时以及开关电闸时产生。因此当实验室有易燃易爆气体时,应注意室内通风;电线的接头要接触良好、包扎牢固,以消除电火花。另外,在继电器上可以连一个电容器以减弱电火花。

(5)如遇火灾,应先切断电路,用砂土、干粉灭火器或 CCl_4 灭火器等灭火,禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。

3)使用电器仪表

(1)注意仪器设备所要求的电源是交流电还是直流电,是三相电还是单相电,电压的大小(380 V、220 V、110 V、6 V 等),功率是否符合要求以及正、负接头等。

(2)注意仪表的量程,待测量值必须与仪器的量程相适应,若待测量值不清楚时,须先从仪器的最大量程开始检测。

(3)线路安装完毕后应检查正确无误后方可进行实验。

(4)在电器仪表使用过程中,如发现有不正常声响,局部温度升高或嗅到绝缘漆过热产生的焦味,应立即切断电源,并报告教师进行检查。

(5)不进行实验时,应断开线路或关闭电源,以延长仪器的使用寿命。

8. 已发生事故的处理

在实验室里,一旦发生事故,要知道如何处理。无论发生什么事故,一定要反应果断,立即告诉实验指导老师,如果自己不能离开或者正处理事故,也要让其他人报告,然后由指导老师安排必要的措施。

1)火灾的处理

实验时一旦发生火灾,应保持沉着镇静,不要惊慌失措,并采取相应措施,以减少损失。首先,应立即熄灭附近的所有火源,切断电源,移开附近的所有易燃物质。在实验里,最容易着火的就是有机溶剂。如果仅仅是一些小容器(如烧杯)着火,通常用一块大一点的抹布或大一点的烧杯扣在上面即可熄灭火焰。沙子也可用来扑灭一些小的火焰。同时要移走所有易燃的化学药品,熄灭所有酒精灯。因为大多数有机溶剂都比水轻,所以一旦溶剂着火千万不要用水去灭火,水不但不能灭火,反而会增大火势。对于一些大火灾,则需要使用灭火器。实验室里通常使用的是干粉灭火器,灭火器最好由实验指导老师或有经验的人使用,使用不正确会扩大火情而延误灭火。如果发现用灭火器也不能很快扑灭火灾,应迅速拨打火警电话,并通知有关人员迅速撤离现场。

如果衣服着火,迅速用厚的外衣包裹,切勿奔跑。也可用防火毯紧紧包住身体,邻近人员也应协助灭火。如果没有毯子,用抹布或用毛巾沾上水,洒到着火者的身上。不到万不得已千万不要用灭火器直接喷到人身上,一旦火被扑灭了,应尽快送病人去医院作进一步治疗,不能随便解开或脱下被火烧伤的人的衣服。

如果电器着火,应立即切断电源,用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,因为这些灭火剂不导电。切记在带电情况下,不能用水和泡沫灭火器灭火。因为水能导电,易使人触电。

2)化学灼伤

在有机化学实验室里,被热的烧瓶、烧杯等稍稍烫伤是常见的。对待这些轻微的烫伤,通常是将烫伤部位在冷水中浸 10 ~ 15 min 即可。而对于一些更加严重的烫伤,则需要到医院治疗。

任何药品洒到皮肤上都需要用大量的水冲洗干净,被感染的部位至少要冲洗 15 min。如

果自己或别人身体的大部分被洒上药品,应立即使用淋浴,脱下被弄脏的衣服,充分冲洗皮肤,必要时迅速到医院接受医治。一旦药品弄到眼睛里,一定要抓紧时间尽快将药品冲洗干净,然后立即到医院接受治疗。

与腐蚀性化学物品接触的皮肤表面应立即用肥皂和水充分洗涤,轻微的灼伤者敷以灼伤油膏,严重的灼伤者应去医院作进一步治疗。

溴引起的灼伤特别严重,应立即用水冲洗,以 10% 硫代硫酸钠浸渍,敷上烫伤油膏,包扎并求诊。若眼睛受到溴蒸气刺激暂不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

如果酸溅入眼睛,应擦去眼睛外面的酸,立即用水冲洗或用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入少许蓖麻油;若碱溅入眼睛,应擦去眼睛外面的碱,立即用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤后,滴入少许蓖麻油。

3) 割伤

在实验工作时,易被碎玻璃割伤。伤口需要用清水冲洗 10 min 以上,以便将残留的化学药品和一些碎的玻璃渣冲洗干净。伤口需要用创可贴或胶布裹好,使其迅速止血,立即到医院接受医治。若受伤严重,应使伤者躺下,保持安静,将受伤部位略抬高,千万不要用止血带或压脉器来止血,同时迅速拨打急救电话请医生救治。

4) 中毒

在实验中,化学药品溅入或误入口腔,应立即用大量的水冲洗。如已进入胃中,应查明药品的毒性性质再服用解毒药,并立即送往医院急救。

若误吞强酸,宜先饮用大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;若误服强碱,也要先饮用大量的水,再服醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶,但不要吃呕吐剂。

如果发生刺激性及神经性中毒,先服牛奶或鸡蛋白使之冲淡和缓解,再服用硫酸镁溶液(约 10 g 溶于 100 mL)催吐,并送往医院就诊。

若为吸入气体中毒,应立即将中毒者抬至室外,解开衣领及纽扣,及时送往医院急救。

三、化学实验的预习、记录和实验报告

1. 实验预习

化学实验是一门理论联系实际的重要课程,它可以充分提高学生的动手能力,是培养学生独立性的重要环节。实验前,学生必须仔细阅读相关资料,应明确实验目的、实验原理、实验方法以及所涉及的仪器等,并在准备好的实验记录本上写好预习笔记。

有机实验涉及的合成实验较多,下面是实验预习笔记的具体要求。

- (1) 实验目的。根据实验原理和基本操作进行概括。
- (2) 实验原理。包括主反应和重要副反应的方程式,必要时写出反应机理。
- (3) 原料、产物和重要副产物的物理常数。
- (4) 原料的用量。计算过量试剂的过量百分数,以及计算理论产量。
- (5) 画出主要仪器装置图。
- (6) 用图表画出整个实验的步骤流程,明确各步操作的目的和要求。

2. 实验记录

实验记录的内容包括实验的全部过程。例如,加入各种药品的时间、速度和数量,反应过

程中是否有颜色的变化,是否有沉淀现象,是否放热,何时回流,等等。在实验过程中,实验者应认真操作,仔细观察,积极思考,必须养成一边实验一边直接在记录本上作记录的习惯,不应事后凭记忆补写,或以其他纸代替或转抄。记录要实事求是,准确反映真实情况,特别是当观察到的现象和预期的不同,以及操作步骤与教材规定不一致时,要按照实际情况记录清楚,以便作为总结讨论的依据。实验记录要简要明确,记录的内容要尽可能表格化和有条理,应与操作步骤对应。其他备忘事项,可以记在备注栏内。

3. 实验总结

实验完成后,除了要根据产物的产量计算出产率外,还应注重产物质量并对产物进行必要的物性分析,对实验中出现的问题进行讨论,总结经验教训,加深对实验的理解,提升学生从感性认识到理性认识的飞跃。

4. 实验报告

有机实验报告示例。

实验题目 正溴丁烷的制备

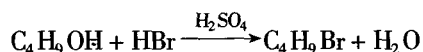
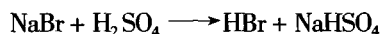
实验目的

(1)学习由醇制备溴代烷的原理和方法。

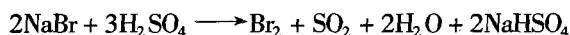
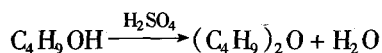
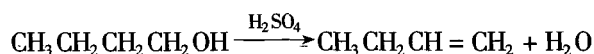
(2)初步掌握带有有害气体吸收的加热回流装置的基本操作,进一步巩固蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

实验原理

主反应:



副反应:



主要试剂及产物的物理常数

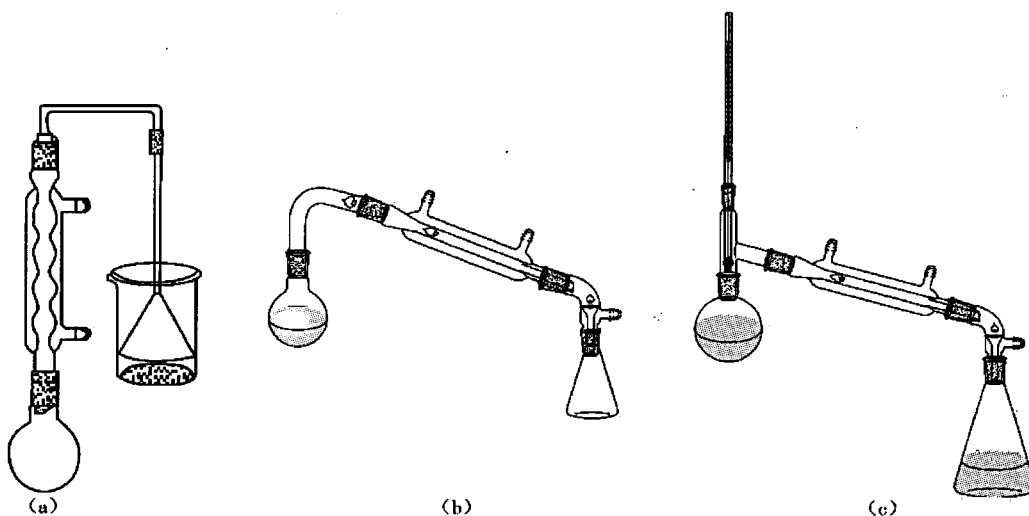
名称	分子量	熔点/℃	沸点/℃	相对密度 d_4^{20}	折光率 n_D^{20}	溶解度 g/100 mL	
						H ₂ O	Et ₂ O
<i>n</i> -C ₄ H ₉ OH	74.12	-89.2~ -89.8	117.71	0.809 8	1.399 3	7.920	混溶
<i>n</i> -C ₄ H ₉ Br	137.03	-112.4	101.6	1.299	1.4398	不溶	混溶
H ₂ SO ₄	98	10.38	340	1.83			

主要试剂的规格及用量

试剂名称	规格	实际用量		理论量/mol	过量/%	备注
		/g	/mol			
正丁醇	分析纯	5.02	0.068	0.068	0	
无水溴化钠	分析纯	8.3	0.08	0.068	17.65	
硫酸	98%, 分析纯	17.64	0.18	0.08	125	

仪器装置

见附图。



附图 仪器装置

(a)加热回流装置; (b)简易蒸馏装置; (c)蒸馏装置

实验记录

时 间	步 骤	现 象	备 注
0:00	安装反应装置		
0:15	在小锥形瓶中加入 10 mL 水, 10 mL 浓硫酸振荡冷却	放热, 锥形瓶发热	
0:20	在烧瓶中加入 6.2 mL 正丁醇、8.3 g 溴化钠、加沸石振荡, 使之溶解	溶液不分层, 溴化钠不全溶解	
0:30	振荡下滴加稀释的硫酸(分 4 次)	瓶中出现白色雾状的 HBr	
0:40	在冷凝管上安装气体吸收装置, 同时小火加热 1 h	沸腾, 白色酸雾增加, 由气体吸收装置吸收。瓶中的液体由一层变为三层, 上层酸雾开始极薄, 中层为橙黄色, 最后消失。上层酸雾变厚, 上层酸雾颜色由淡色渐变成橙黄	
1:40	稍冷, 改成蒸馏装置, 加沸石, 蒸出 C_4H_9Br	馏出液浑浊, 分层。瓶中上层越来越少, 最后消失, 消失后过片刻蒸馏。蒸馏瓶冷却析出无色透明结晶 (Na_2SO_4) 产物在下层	接收器用冰水浴冷却

续表

时 间	步 骤	现 象	备 注
2:20	粗产物用 10 mL H_2O 洗。在分液漏斗中用 10 mL H_2SO_4 洗, 10 mL H_2O 洗, 10 mL 饱和 NaHCO_3 洗, 10 mL 水洗	产物在上层与二层交界处呈絮状	
2:50	粗产物置于锥形瓶中加入 CaCl_2 干燥	粗产物浑浊, 稍许摇动后透明	
4:30	产物滤入 30 mL 蒸馏瓶中加入沸石蒸馏, 收集 99 ~ 103 $^{\circ}\text{C}$ 馏分	99 $^{\circ}\text{C}$ 前馏出液很少, 长时间稳定于 101 ~ 102 $^{\circ}\text{C}$, 后温度升至 103 $^{\circ}\text{C}$ 再下降, 待瓶中液体很少时, 停止蒸馏	产品: 3.5 mL 清澈透明

产品与产率

产品外观为无色透明液体。

理论产量为 0.068 mol, 7.58 mL, 9.316 g。

实际产量为 0.027 mol, 3.5 mL, 4.547 g。

产率为 48.80%。

四、化学实验常用的玻璃仪器和设备

现将化学实验中所用的玻璃仪器、金属用具、电学仪器及其他一些设备分别介绍如下。

1. 普通玻璃仪器

有机实验玻璃仪器按其口塞是否为标准磨口分为标准磨口仪器及普通仪器两类。普通玻璃仪器见图 1-1。

2. 标准磨口的玻璃仪器

在有机化学实验中, 最好采用标准磨口的玻璃仪器(图 1-2)。这种仪器可以和相同编号的磨口相互连接, 即免去配塞子及钻孔等手续, 也能免去反应物或产物被软木塞或橡皮塞所沾污。标准磨口玻璃仪器口径的大小通常用数字编号表示, 该数字是指磨口最大端直径的毫米整数, 常用的有 10、14、19、24、29、34、40、50 等。有时也用两组数字来表示, 其中一组表示磨口直径, 另一组表示磨口的长度。例如 14/30, 表示此磨口直径最大处为 14 mm, 磨口长度为 30 mm。相同编号的磨口、磨塞可以紧密连接。有时两个玻璃仪器, 因磨口编号不同无法直接连接时, 则可借助不同编号的磨口接头(或称大小头)连接。

通常以整数表示磨口系列的编号, 它与实际磨口锥体大端直径略有差别, 表 1-1 列出了磨口的编号与大端直径的对照。

表 1-1 编号与大端直径对照表

编号	10	14	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10.0	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5	40.0

使用磨口玻璃仪器时应注意以下事项。

(1) 磨口处必须洁净, 若粘有固体杂物, 会使磨口对接不严密导致漏气。若有硬质杂物, 更

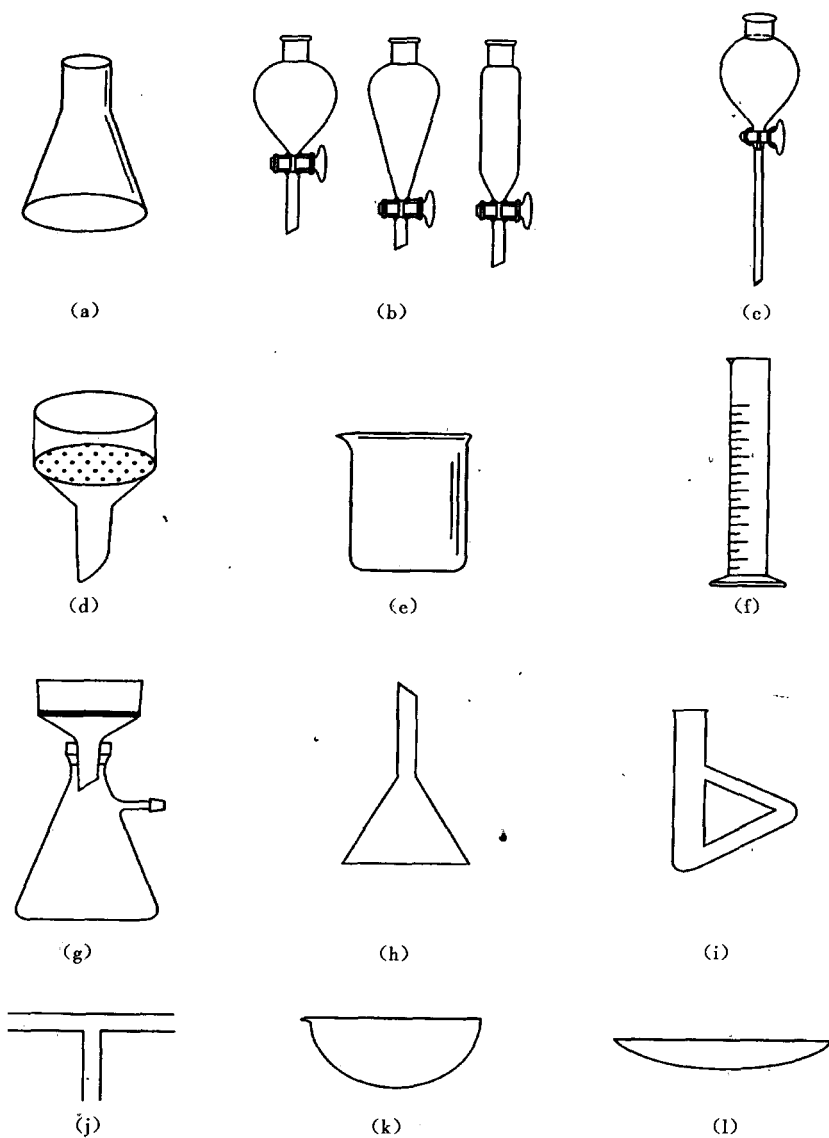


图 1-1 普通玻璃仪器

(a)锥形瓶;(b)分液漏斗;(c)滴液漏斗;(d)布氏漏斗;(e)烧杯;(f)量筒;
(g)吸滤瓶(带布氏漏斗);(h)玻璃漏斗;(i)提勒管;(j)T(Y)形管;(k)蒸发皿;(l)表面皿

会损坏磨口。

(2)用后应拆卸洗净。否则若长期放置,磨口的连接处会粘牢,难以拆开。

(3)一般用途的磨口无需涂润滑剂,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。减压蒸馏时,磨口应涂真空脂,以免漏气。

(4)安装标准磨口玻璃仪器装置时,应注意要安装正确、整齐、稳妥,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则易将仪器折断,特别是在加热时,仪器受热,应力更大。