

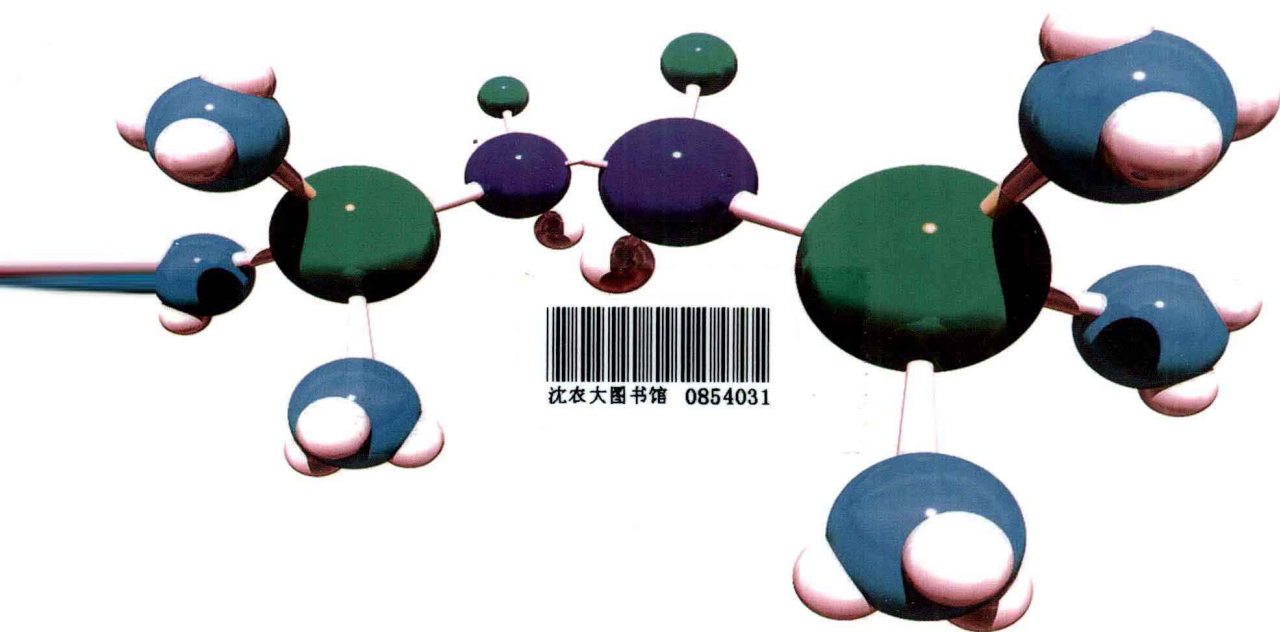
中国科学技术大学
化学实验系列教材

YOUJI HUAXUE SHIYAN

有机化学实验

查正根 郑小琦 汪志勇 顾静芬 编著

中国科学技术大学出版社

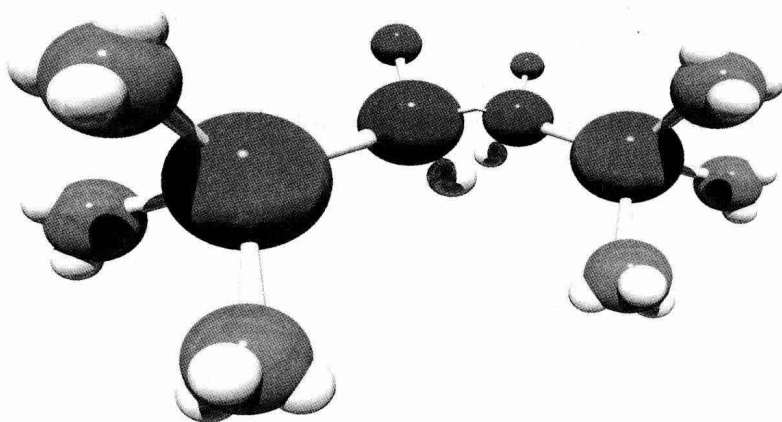


化学实验系列教材

YOUJI HUAXUE
SHIYAN

有机化学实验

查正根 郑小琦 汪志勇 顾静芬 编著



中国科学技术大学出版社

内 容 简 介

本书介绍了以绿色化学为导向的有机化学实验技术和实验内容,分为有机化学实验一般知识、有机化学实验技术、有机化学实验和附录四个单元。先介绍有机化学实验一般知识,然后讨论有机化学实验基本操作和技术,再介绍有机化合物物理性质测定及其结构鉴定、有机化合物制备,最后介绍有机化合物的定性鉴定。将所选实验分为基本操作实验、简单制备实验、连续合成实验,各列于有机化学实验技术、有机化合物制备章节中,以利于教师分阶段组织教学。其中,有机化学实验技术重在理论与实践结合,有机化学实验重在复习巩固基本操作技能,连续合成实验重在综合运用和提高。有机化学实验以少量合成为主,兼顾常量、半微量和微量合成实验,引入绿色合成新实验技术,体现新的教学理念,引导学生综合应用所学的知识,学以致用。

本书不仅是学生在校时必备的教科书,也是攻读更高学位和从事有关专业工作人员使用的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/查正根等编著. —合肥:中国科学技术大学出版社,2010.9
ISBN 978-7-312-02738-3

I. 有… II. 查… III. 有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 152715 号

出 版 中国科学技术大学出版社
安徽省合肥市金寨路 96 号,邮编:230026
网址: <http://press.ustc.edu.cn>
印 刷 合肥现代印务有限公司
发 行 中国科学技术大学出版社
经 销 全国新华书店
开 本 787 mm×1092 mm 1/16
印 张 16.75
字 数 415 千
版 次 2010 年 9 月第 1 版
印 次 2010 年 9 月第 1 次印刷
定 价 29.00 元

前 言

随着教学改革的不深入,我校专业实行本硕贯通,国际交流日益广泛,本书是在此背景下,根据原国家教委(现为教育部)1992年3月颁布的《高等理院校化学专业本科有机化学实验课程教学基本要求和基本内容》的精神,以中国科学技术大学化学与材料学院有机化学实验室多年的实验教学经验为基础,吸收国内外多种同类教材的优点编写而成的,可作为综合性大学、理院校、师范院校化学专业本科生的教材使用,本书的主要特点是:

(1) 按照循序渐进的认识规律和实用原则,先介绍有机化学实验一般知识,然后讨论有机化合物物理性质测定及其结构鉴定,再介绍有机化学实验基本操作和技术、有机化合物制备,最后介绍有机化合物的定性鉴定。将所选实验分为基本操作实验、简单制备实验、连续合成实验,各列于有机化学实验基本操作和技术、有机化合物制备章节中,以利于教师分阶段组织教学。其中,有机化学实验技术重在理论与实践结合,有机化学实验重在复习巩固基本操作技能,其中的连续合成实验重在综合运用和提高。

(2) 鉴于绿色化学的发展,小量化、微型化学实验的明显优越性及其在近十几年间的迅速发展,本书重点介绍小量、微型有机化学实验的常用装置和操作方法。

(3) 除经典有机化学实验之外,本书还收入了一些新实验。这些新实验或来自其他教材,或来自科研,或是为了深化实验教学而专门组织师生研究所得,已被教学实践证明是可行的。

(4) 教材穿插大量的实验装置,图文并茂,易于实践。

(5) 实验中有大量的注释,能帮助学生更好地完成实验。

(6) 教材取众家之长,理实交融。

鉴于尚未有一本专属于本校的有机化学基础实验的教材,加之及本校近年来有机化学实验教学改革的不断深入,有机化学实验的内容有了很大改变(如一些新仪器的使用,以及新研究成果开设的实验),另外,随着改革,每年有不少的研究生助教参与有机化学实验的教学工作。鉴于以上情况,作者依据这几年来在有机化学实验教学开设的实验内容、教学经验以及科研经历的基础上,编写了这本教材。

本教材参考了北京大学、清华大学、南开大学、武汉大学编写的《有机化学实验》和兰州大学、复旦大学合编的《有机化学实验》的部分内容,以及国内外其他院校的一些实验内容,在“有机化学实验技术”和“有机化学实验”中,部分内容选自武汉大学编写的《有机化学实验》和兰州大学、复旦大学合编的《有机化学实验》。参考书已列在主要参考书目中,谨此深表谢意。

参加编写的教师有查正根、郑小琦、汪志勇、顾静芬。本讲义在编写过程中,参考了本室顾静芬、高梅芳老师编著的有机化学实验讲义,她们和同室的刘艳芝、刘

晓虹、傅雪山、郑媛老师在实验的改革和验证方面做了大量的工作,在此衷心地表示感谢。限于作者水平,本书疏漏和谬误之处在所难免,恳望不吝指教。

查正根、郑小琦、汪志勇、顾静芬

2010年3月于中国科学技术大学有机化学实验室

目 录

前言	I
有机实验室工作须知	1
第一节 有机化学实验守则	1
第二节 有机化学实验室的安全知识	2
第三节 实验操作的一般知识	5
第四节 小型机电仪器	11
第五节 化学文献	14
第一部分 有机化学实验技术	21
第一节 常压蒸馏	21
第二节 减压蒸馏	24
第三节 水蒸气蒸馏	28
第四节 简单分馏	31
第五节 重结晶及滤纸折叠方法	34
第六节 升华	43
第七节 回流	46
第八节 萃取	48
第九节 干燥和干燥剂的使用	54
第十节 薄层色谱	66
第十一节 柱色谱法分离	74
第十二节 纸色谱法	77
第十三节 气相色谱	78
第十四节 红外光谱	84
第十五节 核磁共振谱	90
第二部分 有机化学实验	95
实验一 简单玻璃工操作	95
实验二 毛细管法熔点及微量法沸点测定	99
实验三 液体化合物折光率测定	112
实验四 比旋光度的测定	117
实验五 简单蒸馏纯化工业乙醇	121
实验六 减压蒸馏纯化呋喃甲醛	122
实验七 水蒸气蒸馏法从橙皮中提取柠檬烯	124
实验八 简单分馏甲醇—水体系	125
实验九 重结晶纯化固体水杨酸	126
实验十 重结晶纯化工业苯甲酸粗品	128

实验十一	萃取法制备叔氯丁烷	129
实验十二	萃取法提取茶叶中咖啡因	131
实验十三	干燥法制备无水乙醚	135
实验十四	干燥法制备绝对乙醇	136
实验十五	薄层色谱分离偶氮苯和苏丹Ⅲ	138
实验十六	薄层色谱鉴定镇痛药片 APC 组分	139
实验十七	柱色谱分离偶氮苯与邻-硝基苯胺	141
实验十八	菠菜色素的提取和柱色谱分离	143
实验十九	纸色谱分离和鉴定头发蛋白中氨基酸	145
实验二十	亲核取代反应制备正溴丁烷	147
实验二十一	Fridel—Crafts 制备对-甲基苯乙酮	151
实验二十二	Fridel—Crafts 制备对叔丁基苯酚	155
实验二十三	还原反应制备二苯甲醇	157
实验二十四	Clasien—Schmidt 缩合反应制备二苯叉丙酮	160
实验二十五	Grignard 反应合成三苯甲醇	161
实验二十六	金属有机化合物乙酰二茂铁合成	166
实验二十七	水相 Barbier—Grignard 反应制备 1-苯基-3-丁烯-1-醇	174
实验二十八	频呐醇偶联反应	177
实验二十九	Cannizzaro 反应制备苯甲酸和苯甲醇	182
实验三十	酯化反应合成苯甲酸乙酯	185
实验三十一	酯化反应制备乙酰水杨酸	189
实验三十二	Skraup 反应制备 8-羟基喹啉	191
实验三十三	Perkin 反应制备香豆素-3-羧酸	195
实验三十四	镇静催眠药巴比吐酸的合成	197
实验三十五	维生素 B ₁ 催化的安息香合成及转化	199
实验三十六	相转移催化的 7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷合成	207
实验三十七	丙二酸二乙酯应用于正己酸的合成	212
实验三十八	乙酰乙酸乙酯应用于 4-苯基-2-丁酮合成	216
实验三十九	Hantzsch 反应合成 1,4-二氢-2,6-二甲基吡啶-3,5-羧酸二乙酯	221
实验四十	α -苯乙胺制备与拆分	222
实验四十一	外消旋体 1,1'-联-2-萘酚的合成及其拆分	226
实验四十二	有机化合物定性鉴定	231
附录		242
附录一	有机化学实验室的常用仪器	242
附录二	有机实验常用装置	246
附录三	实验预习、记录、实验报告和产率计算	249
附录四	物理常数	254
主要参考书目		259

有机实验室工作须知

第一节 有机化学实验守则

有机化学实验教学的目的是训练学生有机化学实验的基本技能,传授基础知识,验证有机化学中所学的理论,培养学生正确选择有机化合物的合成、分离与鉴定的方法以及分析和解决实验中所遇到问题的思维和动手能力。同时它也是培养学生理论联系实际的作风,实事求是、严格认真的科学态度与良好工作习惯的一个重要环节。

实验安全是有机化学实验的基本要求。在实验前,学生必须阅读有机化学实验守则和安全知识,熟悉操作的一般知识及危险化学药品的使用与保存,了解一些常用仪器设备。在进行每个实验以前还必须认真预习有关实验内容,明确实验的目的和要求,了解实验的基本原理、内容和方法,写好实验预习报告,知道所用药品和试剂的毒性和其他性质,牢记操作中的注意事项,安排好当天的实验。

在实验过程中应养成细心观察和及时记录的良好习惯,凡实验所用物料的质量、体积以及观察到的现象和温度等所有数据,都应立即如实地填写在记录本中。记录应按顺序编号,不得撕页缺号。实验完成后,应计算产率。然后将实验记录、实验结果和贴好标签的样品瓶交给教师核查。

实验台面应该保持清洁和干燥。仪器、药品要随用随取,放得整齐有序。使用过的仪器应及时洗净。所有废弃的固体和滤纸等应丢入废物缸内,绝不能丢入水槽或下水道,以免堵塞。有异臭或有毒物质的操作必须在通风橱内进行。

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验室作风,必须遵守下列实验室规则:

(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,避免照方抓药、手忙脚乱。做好实验前一切准备工作。

(2) 仪器安装要端正、平稳、符合实验要求,操作台尽量靠近排气设施,使实验中不可避免产生的废气及时排除。

(3) 实验中严守规程,实验过程秩序井然。认真操作,不得擅自离开;仔细观察,如实记录;不高声喧哗,不使用手机和 MP3 等,始终保持实验室安静。实验时做到桌面、地面、水槽、仪器干净整洁。

(4) 对于安全隐患要采取严格的防范措施,易燃易爆物品应与火源隔离。实验中严禁吸烟和吃零食。发生意外事故时,要镇静,及时采取应急措施,并立即报告指导教师。

(5) 公用实验台面的药品和器械不得随意挪动、放置,以免影响别的同学取用。爱护公共设施和仪器,若有损坏,按规定予以赔偿。

(6) 熟悉水、电、气和灭火器的正确使用方法、摆放位置,掌握灭火、防护和急救的相关知识。

(7) 严禁将废酸、废碱、废弃物倒入水槽,有机物和无机物分别倒入指定的回收容器,积累到一定量后统一处理和回收。

(8) 将记录本和合成产物、贴好标签的样品瓶交给教师核查。如实填写实验报告,附上原始记录一并交教师批阅。

(9) 实验结束后,安排值日生清扫公共卫生和整理实验台面,关好水、电、煤气、门,管理人员检查后方可离开。

(10) 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、清新和舒适。师生均应培养“绿色化学”意识。

第二节 有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中,无论是常量实验还是微型、半微量实验都涉及一些共同需要了解和掌握的基本知识,如实验室的安全知识、事故的预防及处理、危险化学品的使用与保存、实验结果的处理等。

有机化学实验要经常使用易燃、有毒和具腐蚀性试剂,比如乙醚、乙醇、丙酮、石油醚和苯等溶剂易于燃烧;甲醇、硝基苯、有机磷(氮)化合物、有机锡化合物、氰化物等具有毒性;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、酰氯、浓酸、烧碱等具有强腐蚀性。同时,有机化学实验使用的玻璃仪器易裂、易碎,容易引发割伤、起火等各种事故。还有电器设备和煤气等,如果使用不当也易导致触电或火灾。因此,进行有机化学实验必须树立安全第一的思想,切忌麻痹大意,要充分预习,认真操作,严格遵守实验规则,加强安全观念,树立环保意识,并熟悉实验中用到的药品和仪器的性能,这样才能有效地避免事故的发生,维护人身和实验室的安全,确保顺利完成实验。

为了防止事故的发生或在事故发生后及时处理,应了解以下安全知识,并切实遵守。

一、实验时的一般注意事项

(1) 进入实验室前,必须认真预习,理清实验思路,了解实验中使用的药品的性质和有可能引起的危害及相应的注意事项。进入实验室后应仔细检查仪器是否有破损,掌握正确安装仪器的要点,并弄清水、电、气的管线开关和标记,保持清醒头脑,避免违规操作。

(2) 实验中仔细观察,认真思考,如实记录,并经常注意反应是否正常,有无碎裂或漏气的

情况,及时排除各种事故隐患。

(3) 有可能发生危险的实验,应采取防护措施进行操作,如戴防护手套、眼镜、面罩等,有的实验应在通风橱内进行。

(4) 常压蒸馏、回流和反应,禁止用密闭体系操作,一定要保持与大气相通。

(5) 易燃、易挥发的溶剂不得在敞口容器中加热,应该用水(油)浴加热的不得直接用火加热。加热的玻璃仪器外壁不得含水珠,也不能用厚壁玻璃仪器加热,以免破裂引发事故。

(6) 各种药品需要妥善保管,不得随意遗弃或散失。对于实验中的废气、废渣、废液,要按环保规定处理,不能随意排放。有机废液应集中收集处理,尽量回收利用,树立环境保护意识和绿色化学理念。

(7) 严禁在实验室里吸烟、喝水或吃东西。

(8) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管,以免玻璃管、玻璃棒折断或破裂而划伤皮肤或使水银泄漏。

(9) 熟悉消防器材的存放位置和正确使用方法。

(10) 实验结束后,要仔细关闭好水、电、气及实验室门窗,防止其他意外事故的发生。

二、实验中事故的预防、处理和急救

1. 割伤

造成割伤者,一般有下列几种情况:

- (1) 装配仪器时用力过猛或装配不当;
- (2) 装配仪器用力处远离连接部位;
- (3) 仪器口径不合而勉强连接;
- (4) 玻璃折断面未烧圆滑,有棱角等。

预防玻璃割伤,要注意以下几点:

- (1) 玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔以消除棱角;
- (2) 注意仪器的配套;
- (3) 正确使用操作仪器。

如果不慎发生割伤事故要及时处理。先将伤口处的玻璃碎片取出,若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口,再涂上红药水,撒上止血粉用纱布包扎好。伤口较大或割破了主血管,则应用力按住主血管,防止大出血,及时送医院治疗。

2. 着火

预防着火要注意以下几点:

(1) 不能用烧杯或敞开容器盛装易燃物,加热时应根据实验要求及易燃物的特点选择热源。注意远离明火;

(2) 尽量防止或减少易燃的气体逸出,倾倒时要关掉火源,并注意室内通风,及时排出室内的有机物蒸气;

(3) 易燃及易挥发物,不得倒入废液缸内,量大的要专门回收处理,量少的可倒入水槽用水冲走(与水有猛烈反应者除外,金属钠残渣要用乙醇销毁);

(4) 实验室不准存放大量易燃物；

(5) 防止煤气阀漏气。

实验室如果发生了着火事故，应沉着镇静及时地采取措施，控制事故的扩大。首先，立即关掉附近所有火源，切断电源，移开未着火的易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势设法扑灭。

常用的灭火剂有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火剂等。干砂和石棉布也是实验室经常用的灭火材料。

二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器。灭火器内贮存压缩的二氧化碳。使用时，一手提灭火器，一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上（不能手握喇叭筒，以免冻伤）打开开关，二氧化碳即可喷出。这种灭火器灭火后的危害小，特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。

四氯化碳和泡沫灭火器虽然也都具有比较好的灭火性能，但由于存在一些问题，如四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气，而且与金属钠接触会发生爆炸；泡沫灭火器喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝，污染严重，给后处理带来麻烦。因此，除不得已时最好不用这两种灭火器。

不管用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心扑灭。

水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物都比水轻，泼水后，火不但不熄，有机物反而漂浮在水面燃烧，火随水流蔓延更快。

地面或桌面着火，如火势不大，可用淋湿的抹布来灭火；反应瓶内有机物着火，可用石棉板盖上瓶口，火即熄灭；身上着火时，切勿在实验室内乱跑，应就近卧倒，用石棉布等把着火部位包起来，或在地上滚动以熄灭火焰。

3. 爆炸

实验时，仪器堵塞或装配不当；减压蒸馏使用不耐压的仪器；违章使用易爆物；反应过于猛烈，难以控制都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生，应注意以下几点：

(1) 常压操作时，切勿在封闭系统内进行加热或反应，在反应进行时，必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象；

(2) 减压蒸馏时，不得使用机械强度不大的仪器（如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等），必要时，要戴上防护面罩或防护眼镜；

(3) 使用易燃易爆物（如氢气、乙炔和过氧化物等）或遇水易燃烧爆炸的物质（如钠、钾等）时，应特别小心，严格按操作规程操作；

(4) 反应过于猛烈，要根据不同情况采取冷冻或控制加料速度等措施；

(5) 必要时可设置防爆屏。

4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性，产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品。在实验中，要防止中毒，需切实做到以下几点：

(1) 试剂不要沾在皮肤上，尤其是极毒的试剂，实验完毕后应立即洗手，称量任何试剂都应使用工具，不得用手直接拿取；

(2) 使用或处理有毒或具腐蚀性物质时，应在通风橱中进行，并戴上防护用品，尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内；

(3) 对沾染过有毒物质的仪器和用具,实验完毕应立即采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。

一般试剂溅到手上,通常是用水和乙醇洗去。实验时若有中毒特征,应到空气新鲜的地方休息,最好平卧,出现其他较严重的症状,如斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大时应及时送往医院。

5. 灼伤

皮肤接触了高温(如热的物体、火焰、蒸气等)、低温(如固体二氧化碳、液体氯或腐蚀性物质如强酸、强碱、溴等)都会造成灼伤。因此,实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用腐蚀性化学试剂时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。

实验中发生灼伤,要根据不同的灼伤情况分别采取不同的处理方法。

(1) 被酸或碱灼伤时,应立即用大量的水冲洗。酸灼伤要用1%碳酸氢钠溶液冲洗,碱灼伤则用1%硼酸溶液冲洗。最后再用水冲洗。严重者可要消毒灼伤面,并涂上软膏,送医院就医。

(2) 被溴灼伤时,应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后用甘油加以按摩。

(3) 如被灼热的玻璃烫伤,应在患处涂以正红花油,然后搽一些烫伤软膏。

(4) 除金属钠外的任何药品溅入眼内,都要立即用大量水冲洗。冲洗后,如果眼睛未恢复正常,应马上送医院就医。

6. 实验室常用的急救药品

(1) 医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤膏、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%)、硫代硫酸钠溶液(2%)等。

(2) 医用镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等。

第三节 实验操作的一般知识

一、玻璃仪器的洗涤和干燥

玻璃仪器上沾染的污物会干扰反应进程,影响反应速度,增加副产物的生成和分离纯化的困难,也会严重影响产品的收率和质量,情况严重时还可能遏制反应而得不到产品,所以必须洗涤除去。洗涤玻璃仪器应根据具体情况采用不同的方法,常用的方法为:

1. 刷洗

如仪器沾染不多,可用毛刷蘸取洗衣粉,加少许水刷洗,然后用自来水冲洗干净。对于非磨口的仪器、也可用去污粉代替洗衣粉。

2. 溶剂浸洗

如用洗衣粉不能洗净,或已知污染物可溶于某种有机溶剂,可选用合适的回收溶剂或低规格的溶剂如乙醇、丙酮、石油醚等,加入适量浸渍溶解,振荡洗去。如振荡不能洗去,可装上冷凝管煮沸回流使之溶解洗去;或塞上塞子经较长时间浸泡后用毛刷刷洗。用过的溶剂需倒入

回收瓶,不可随手倒入水槽或废物缸,以免酿成事故。

3. 洗液浸洗

如用有机溶剂不能洗净,可考虑用洗液浸洗。洗液的配制方法是将 5 g 重铬酸钾配制成热的饱和水溶液,在不断搅拌下将 100 mL 低规格的浓硫酸缓缓注入其中。洗液的使用方法与有机溶剂相似,也有荡洗、浸泡和加热煮沸等方式。因洗液具有很强的氧化性和腐蚀性,在使用时需十分小心,勿使触及皮肤衣物。用过的洗液应倒回原来的瓶子中,以供下次洗涤之用,直至洗液的棕红色逐渐褪去、完全变为绿色时表明已经失效,需另配新的。

4. 针对性洗涤

如污染物为碱性,可选用不同浓度的强酸溶液洗涤;如已知污染物为酸性,可用强碱溶液荡洗或煮洗等。此外还有其他洗涤方法,如超声波振动洗涤等,但目前尚不普及。

无论用何种方法洗涤,都应注意:

(1) 仪器用过后尽快洗净,若久置则往往凝结而难以洗涤。

(2) 污物过多时需尽量倒出后再洗。如污物已成焦油状,应先尽量倾倒,再用废纸揩除,然后洗涤。

(3) 凡可用清水和洗衣粉刷洗干净的仪器,就不要用其他洗涤方法,而凡用其他方法洗净的仪器,最后还需用清水冲洗干净。

(4) 仪器洗净的标志是器壁上能均匀形成水膜而不挂水珠。

5. 仪器干燥

仪器洗净后往往需要干燥,因为水能干扰许多有机反应的正常进行,而有的有机反应,在有水存在的情况下根本得不到产物。干燥仪器时可根据需要干燥的仪器数量多少、要求干燥的程度高低及是否急用等采用不同的方法。

(1) 晾干:实验结束后将所用仪器洗净,开口向下挂置,任其在空气中自然晾干,下次实验时可直接取用。这样晾干的仪器可满足大多数有机实验的要求。

(2) 吹干:一两件亟待干燥的仪器可用电吹风吹干,如仪器壁上还有水膜,可用一两毫升乙醇荡洗,再用一两毫升乙醚荡洗,可更快地吹干。数件至十数件仪器可用气流烘干机吹干。

(3) 烘干:较大批量的仪器可用烘箱烘干。应注意在烘干仪器时,仪器上的橡皮塞、软木塞不可放入烘箱;活塞和磨口玻璃塞需取下洗净分别放置,待烘干后再重新装配。当烘箱正在使用时,先放的玻璃仪器在上层,后放的玻璃仪器在下层,以免后放入的仪器上的冷水滴到热的玻璃仪器使之破裂。

二、塞子的选择、钻孔和装配

软木塞、橡皮塞都具有两种功能:一是将容器密封起来。二是将分散的仪器连接起来装配成具有特定功能的实验装置。而玻璃塞、塑料塞则一般只具有前一种功能。软木塞密封性较差,表面粗糙,会吸收较多的溶剂,其优点是不会被溶胀变形,在使用前需用压塞机压紧密,以防在钻孔时破裂。橡皮塞表面光滑,内部疏密均匀,密封性好,其缺点是易被有机溶剂或蒸气溶胀变形。在实验室中橡皮塞的使用远比软木塞广泛,特别在密封程度要求高的场合下必须使用橡皮塞。玻璃塞、塑料塞应使用仪器原配的或口径编号相同的。软木塞和橡皮塞的选择

原则是将塞子塞进仪器颈口时,要有 1/3~2/3 露出口外。

标准磨口玻璃仪器的普及使用为仪器的装配带来极大的方便,但仍有一些场合需要通过软木塞或橡皮塞来连接装配,这就需要在塞子上钻孔。为了使玻璃管或温度计既可顺利插入塞孔,又不至松脱漏气,需要选择适当直径的打孔器。对于橡皮塞,应使打孔器的直径等于待插入的玻管或温度计的直径;对于软木塞,则应使打孔器稍细于待插入的玻管或温度计。钻孔时在塞子下垫一木块,在打孔器的口上涂少许甘油或肥皂水,左手固定塞子,右手持打孔器从塞子的小端垂直均匀地旋转钻入。钻穿后将打孔器旋转拔出,用小一号的打孔器捅出所用打孔器内的塞芯。必要时可用小圆锉将钻孔修理光滑端正。

把温度计插入塞中时需塞孔口处涂上少量甘油,左手持塞,右手握温度计,缓慢均匀地旋转插入。右手的握点应尽量靠近塞子,不可在远离塞子处强力推进、否则会折断温度计并割伤手指。如果塞孔过细而难以插入,可以将温度计缓缓旋转拔出,用小圆锉将塞孔修大一点再重新插入。如塞孔过大而松脱,应另用一个无孔塞,改用小一号的打孔器重新打孔,而不可用纸衬、蜡封等方法凑合使用。玻管、玻棒插入塞子的方法与温度计相同,且在插入之前需将管口或棒端圆滑,在插入时不可将玻管(棒)的弯角处当作旋柄用力。

如需从塞子中取出玻管(棒),可在玻管(棒)与橡皮的接合缝处滴入甘油,按照插入时的把持方法缓缓旋转退出。如已粘结,可用小起子或不锈钢铲沿玻壁插入缝中轻轻松动,然后按上述方法退出。若实在退不出来,不要强求,可用刀子沿塞的纵轴方向切开,将塞子剥下。若退下的塞子仍然完好,可洗净收存供下次使用。

三、化学试剂的取用

1. 规格

化学试剂按其纯度分成不同的规格,国内生产的试剂分为四级,见表 1。

表 1 国产试剂的规格

试剂级别	中文名称	代码及英文名称	标签颜色	主要用途
一级品	保证试剂或“优级纯”	G. R. (Guaranteed Reagent)	绿	用作基准物质用于分析鉴定及精密科学研究
二级品	分析试剂或“分析纯”	A. R. (Analytical Reagent)	红	用于分析鉴定及一般科学研究
三级品	化学纯粹试剂或“化学纯”	C. P. (Chemically Pure)	蓝	用于要求较低的分析实验和要求较高的合成实验
四级品	实验试剂	L. R. (Laboratory Reagent)	棕、黄或其他	用于一般性合成实验和科学研究

试剂规格越高,纯度也越高,价格就越贵。凡低规格试剂可以满足要求的,就不要用高规格试剂。在有机化学实验中大量使用的是三级品和四级品、有时还可以用工业品代替。在取用试剂时要核对标签以确认使用规格无误。标签松动、脱落的要贴好,分装试剂要随手贴上

标签。

2. 固体试剂的称取

固体试剂用天平称取,常用的几类天平列于表 2,可根据所需称量的量及要求的准确程度选用。天平感量越小越精密,价格越高,对操作的要求也越严格。普通有机实验中应用最多的是药物天平。各种天平的使用方法不尽相同,应按照使用说明书调试和使用。

表 2 常用天平

种类	最大称重量(g)	感量(g)
药物天平	500	0.5
	100	0.1
托盘扭力天平	100	0.01
分析天平	200	0.0001

称取固体试剂应该注意:①不可使天平“超载”。如果需称量的数量多于天平的最大称重量,则应分批称取。②不可使试剂直接接触天平的任何部位。一般固体试剂可放在表面皿或烧杯中称量;特别稳定且不吸潮的也可放在称量纸上称量;吸潮性或挥发性固体需放在干燥的锥形瓶(或圆底瓶)中塞住瓶口称量;金属钾、钠应放在盛有惰性溶剂的容器中称量,最后以差减法求得净重。③固体药品在开瓶后可用牛角匙移取,有时也可用不锈钢刮匙挑取,任何时候都不许用手直接抓取。取用后应随手将原瓶盖好,不许将试剂瓶敞口放置。

3. 液体试剂的量取

液体试剂一般用量筒或量杯量取,用量少时可用移液管量取,用量少且计量要求不严格时也可用滴管汲取。取用时要小心勿使洒出,观察刻度时应使眼睛与液面的弯月面底部平齐。试剂取用后应随手将原瓶盖好。黏度较大的液体可像称取固体那样称取,以免因量器的粘附而造成过大误差。吸潮性液体要尽快量取,发烟性或可放出毒气的液体应在通风橱内量取,腐蚀性液体应戴上乳胶手套量取。挥发性液体或溶有过量气体的液体(如氨水)在取用时应先将瓶子冷却降压,然后开瓶取用。

四、加热

在有机化学反应中对反应物加热,温度每上升 10℃,一般可提高反应速度一倍。在分离纯化实验中为保温、溶解、升华、蒸馏、蒸发、浓缩等目的也要加热。实验室中的热源有酒精灯、煤气灯(本生灯)、电热套、电炉和红外光等,加热的方式根据具体情况确定。在有机化学实验室中,不提倡用明火加热。

1. 直接火加热

在试管中加热少量物质可以用酒精灯或煤气灯的直接火加热,除此之外只有在做玻璃加工时才允许用直接火加热。

2. 石棉网加热

如果被加热物质沸点较高且不易燃烧,可在火焰与受热器皿之间垫一层石棉网,以扩大受

热面积且使加热较为均匀。如在烧杯、锥形瓶等平底容器中加热水或水溶液,可将容器直接放在石棉网上加热;如在圆底瓶、梨形瓶等容器中加热有机物,则瓶底与石棉网之间应有 1~2 mm 间隔。

3. 水浴加热

若需要加热的温度在 80 °C 以下,可用水浴加热。水浴锅可为铜质或铝质。当加热少量低沸点液体时,也可用烧杯代替水浴锅,但烧杯下面一定要垫石棉网。将装有待加热物料的烧瓶浸于水中,使水面高于瓶内液面,瓶底也不触及锅底,然后调节火焰(或电压)将温度控制在所需的温度范围之内。专门的水浴锅的盖子由一组直径递减的同心圆环组成,可防止水的过快蒸发。若无此设备,可在水中加入少量石蜡,石蜡受热熔融浮于水面亦可防止水的蒸发。若长时间加热,水较多蒸发使水面下降,可另烧一些同温度的水来作补充。要常擦瓶口以防止蒸气凝成的水珠流入瓶内。凡涉及金属钠、钾的反应都不宜用水浴加热。

4. 油浴加热

当需要加热的温度高于 80 °C 时,可采用油浴加热。油浴所能达到的温度因所用油的种类不同而不同。甘油和邻苯二甲酸二丁酯适用于加热至 160 °C 左右,过高则易分解。石蜡和液体石蜡都可加热至 220 °C,再升温虽不分解,但易冒烟燃烧;硅油和真空泵油加热至 250 °C 仍然稳定,但价格昂贵。

油浴的使用方法与水浴类似,但久用会变黑,高温会冒烟,混入水珠会造成爆溅。油的膨胀系数较大,若浴锅内装得较多,受热时会溢出锅外,造成污染或引起燃烧。所以在人数众多的学生实验室中不常使用。

5. 沙浴加热

在铁盘内放入细沙,将被加热的烧瓶半埋入沙中即构成沙浴。沙浴可加热至 350 °C,且不会有污染,但沙子导热慢、散热快,升温也不均匀。所以在使用沙浴时,瓶底下的沙层宜薄,以利导热,瓶四周的沙层宜厚,以利保温、桌面最好垫上石棉板,以免烤坏桌面。

6. 电热套加热

电热套以玻璃棉包裹电热丝盘成碗状。电热套与变压器配套使用,用来加热。简易电热套还可与此类搅拌器联用,用来加热、搅拌。电热套具有调温范围宽广,不见明火,使用安全的优点。使用时应注意变压器的输出功率不小于电热套的功率,电热套的使用温度一般不超过 400 °C。

7. 其他加热方法

如果需要加热到 250 °C 以上,可考虑使用熔盐浴。如硝酸钠和硝酸钾等量混合,在 218 °C 熔融,可加热至 700 °C;7%硝酸钠、53%硝酸钾和 40%亚硝酸钠相混合,在 142 °C 熔融,可在 500 °C 以下安全使用。熔盐浴在室温下结为固体,移动和存放都很方便,但使用温度高,需十分注意防止烫伤。如果需加热的温度较低,例如在 50 °C 以下,也可用红外灯加热。如果需长时间加热,则采用自动控温的恒温水槽较为方便。

五、低温冷却

当反应大量放热,需要降温来控制速度以避免事故时;当反应中间体不稳定,需在低温下

反应时；当需要降低固体物质在溶剂中的溶解度以使其结晶析出时；当需要把化合物的蒸气冷凝收集时；当需要将空气中的水汽凝聚下来以免其进入油泵或反应系统时都要进行冷却。当被冷却物为气体时，可使它从穿越制冷剂的管道内部流过；当被冷却物为液体、固体或反应混合物时，可将装有该物质的瓶子浸于制冷剂中，通过管壁、瓶壁的传热作用而实现冷却，只有在特殊情况下才允许将制冷剂直接加于被冷却物中。常用制冷剂列于表 3。使用时可根据具体的冷却要求选用。

表 3 常用制冷剂

制冷剂	可达到的最低温度(℃)	制冷剂	可达到的最低温度(℃)
自来水	室温	干冰+乙醚	-77
冰+水	0~5	干冰+丙酮	-78
食盐+碎冰(1:3)	-21	液态空气	-190~-185
六水合氯化钙+碎冰(5:4)	-50	液氮	-195.8
干冰+乙醇	-72		

若需要把反应混合物冷却到 0℃ 以下时，可用食盐和碎冰的混合物，一份食盐与三份碎冰的混合物，温度可降至 -20℃，但在实际操作中，温度约降至 -18~-5℃，食盐投入冰内时碎冰易结块，故最好边加边搅拌。

冰与六水合氯化钙结晶($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的混合物，理论上可得到 -50℃ 左右的低温。在实际操作中，十份六水合氯化钙结晶与 7~8 份碎冰均匀混合，可达到 -40~-20℃。

浓氨也是常用的冷却剂，温度可达 -33℃。氨分子间的氢键，使氨的挥发速度并不很快。

将干冰(固体二氧化碳)与适当的有机溶剂混合时，可得到更低的温度，与乙醇的混合物可达到 -72℃，与乙醚、丙酮或氯仿的混合物可达到 -78℃。

液氮可冷至 -188℃。

为了保持冷剂的效力，通常把干冰或它的溶液及液氨盛放在保温瓶(也叫杜瓦瓶)或其他绝热较好的容器中，上口用铝箔覆盖，降低其挥发的速度。

应当注意，温度若低于 -38℃ 时，则不能使用水银温度计。因为低于 -38.87℃ 时，水银就会凝固。对于较低的温度，常常使用内装有机液体(如甲苯，可达 -90℃，正戊烷，-130℃)的低温温度计。为了便于读数，往往向液体内加入少许颜料。但由于有机液体传热较差和黏度较大，这种温度计达到平衡的时间较长。

六、搅拌

搅拌可增大相间接触面，缩短反应时间；在边反应边加料的实验中搅拌可防止局部过浓、过热，减少副反应。所以搅拌在合成反应中有广泛的应用。

1. 手工搅拌

若反应时间不长，无毒气放出，且对搅拌速度要求不高，可在敞口容器(如烧杯)中用手工