

# 有机化学实验教程

主 编 郭 明

副主编 陈红军 况 焱 周建钟 胡莹露 杨雪娟

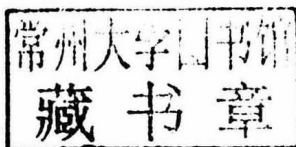


科学出版社

# 有机化学实验教程

主编 郭 明

副主编 陈红军 况 焱 周建钟 胡莹露 杨雪娟



科学出版社

北京

## 内 容 简 介

本书共7章,内容包括:有机化学实验的基础知识和基本要求、有机化学实验基本操作、有机化合物的合成方法、典型有机化合物的定性鉴定和鉴别方法、有机天然产物的提取、有机化合物物理常数测定、分析与表征技术等实验。

本书可作为高等院校化学及相关专业的有机化学实验教材,也可作为科研院所和企事业单位从事有机化学实验工作的相关参考用书。

---

### 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验教程 / 郭明主编. —北京: 科学出版社, 2019.8

ISBN 978-7-03-061747-7

I. ①有… II. ①郭… III. ①有机化学-化学实验-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2019)第122146号

---

责任编辑: 丁 里 / 责任校对: 何艳萍

责任印制: 师艳茹 / 封面设计: 迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

石家庄继文印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2019年8月第一版 开本: 787×1092 1/16

2019年8月第一次印刷 印张: 15 3/4

字数: 403 000

定价: 59.00元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

# 前 言

有机化学作为四大化学之一，是高等院校化学类、农林类、环境生态类、材料类、药学类专业本科生的重要基础课。21 世纪的有机化学，从基础理论到实验方法都有了巨大的进展，显示出蓬勃发展的强劲势头和活力。编写本书以期提高学生的综合素质，巩固理论知识，使学生掌握合成、分离、纯化、萃取、测定、表征等有机化学实验的基本操作技术，初步学会查阅文献；设计撰写实验报告；培养良好的学习方法和学习习惯，以及实事求是和严谨的科学态度。本书根据有机化学发展的现状和趋势以及国内农林院校相关专业人才培养的实际情况进行编写，在有机化学教材的基础上，对理论部分做深入浅出的介绍，并适当引入近年来有机化学发展的新成果。

本书内容覆盖基础理论、基本操作、具体实验 3 个方面，共编写 64 个实验，包括 24 个基本操作实验、5 个特殊操作实验、5 个性质实验、18 个合成实验、7 个有机天然产物提取实验，以及 5 个综合性与设计性实验。本书将理论与实践相结合，注重对学生创造性思维的培养和分析问题能力的训练。在编写过程中以“精、全、新”为指导思想，在科学性、先进性、实用性上下工夫，力求概念准确、深入浅出、突出重点、语言简练，便于教与学。与此同时，本书着重培养学生的基本操作技巧和动手能力。

随着技术的发展，有机化学实验也开始借助一些新型仪器设备。为了使学生了解并学会使用这些仪器，本书增加了各种分析仪器如红外光谱仪、高效液相色谱仪、核磁共振波谱仪、阿贝折射仪及旋转蒸发仪等的使用。本书还增加了一些特殊实验操作，如微型实验、微波及超声波辅助实验，使学生掌握多种化学实验技能，并了解无水无氧操作、相转移催化及催化氢化等技术。本书在内容上既有一定的深度和广度，又有一定的灵活性。由于不同专业、不同实验课对实验要求不同，教师可以针对不同层次的学生选择不同的实验。

本书由郭明任主编，陈红军、况焱、周建钟、胡莹露、杨雪娟为副主编。在本书编写过程中得到北京欧倍尔软件技术开发有限公司的大力支持，在此表示衷心的感谢！

编者虽努力使本书内容实用、新颖和少出错误，但由于水平有限，不妥之处敬请广大师生和读者批评指正。

编 者  
2019 年 1 月

# 目 录

## 前言

第 1 章 有机化学实验基础知识 .....	1
1.1 实验室规则与实验安全 .....	1
1.2 有机化学实验常用仪器 .....	7
1.3 有机化学实验试剂的取用和转移 .....	15
1.4 有机化学实验常用装置 .....	17
1.5 实验报告及数据处理 .....	28
1.6 有机化学实验文献检索与网络资料应用 .....	29
1.7 有机化学实验的发展趋势 .....	33
第 2 章 有机化学基本操作及相关实验 .....	37
2.1 温度升降操作 .....	37
实验一 酒精喷灯的使用及玻璃管(棒)和滴管的制作 .....	37
实验二 沸点的测定 .....	43
实验三 熔点的测定 .....	44
2.2 冷却与干燥 .....	46
实验四 升华 .....	49
2.3 过滤 .....	52
实验五 重结晶提纯 .....	53
2.4 萃取洗涤和分液漏斗的使用 .....	57
实验六 甲苯、苯胺、苯甲酸混合物的分离与鉴定 .....	59
实验七 乙酸乙酯萃取乙酸的萃取率的测定 .....	61
2.5 蒸馏技术 .....	64
实验八 蒸馏 .....	66
实验九 回流(无水乙醇的制备) .....	68
实验十 分馏 .....	69
实验十一 水蒸气蒸馏 .....	74
实验十二 减压蒸馏 .....	75
实验十三 旋转蒸发 .....	77
2.6 干燥技术 .....	79
2.7 色谱(层析)技术 .....	84
实验十四 柱色谱法 .....	85
实验十五 薄层色谱法 .....	88
实验十六 氨基酸的纸层析 .....	90

2.8 密度和相对密度的测定	92
实验十七 乙酸乙酯相对密度的测定	93
2.9 折射率的测定	94
实验十八 正丁醇折射率和葡萄糖浓度的测定	96
2.10 旋光度的测定及单糖的变旋现象	97
实验十九 葡萄糖和果糖旋光度的测定及单糖的变旋现象	99
2.11 光谱分析技术	100
实验二十 利用气相色谱分析植物化学成分	100
实验二十一 高效液相色谱法测定茶叶中咖啡因含量	102
实验二十二 紫外-可见分光光度法测定苯甲酸	104
实验二十三 硝基苯甲酸的红外吸收光谱法初步结构分析	107
实验二十四 核磁共振氢谱测定异丁醇	110
<b>第3章 有机化学实验特殊操作与技术简介</b>	<b>114</b>
3.1 引言	114
3.2 绿色有机化学实验	114
实验二十五 单糖构象和构型的模型实验	118
实验二十六 从牛奶中分离酪蛋白和乳糖(微型分离实验)	120
实验二十七 有机电解合成碘仿	121
3.3 微波辅助有机合成	123
实验二十八 微波辐射合成苯甲酸乙酯	125
3.4 有机声化学合成技术	128
实验二十九 超声波辅助提取银杏叶中总黄酮(设计性实验)	130
3.5 无水无氧操作技术	131
3.6 相转移催化技术	135
3.7 催化氢化技术	139
<b>第4章 有机化合物性质实验</b>	<b>144</b>
实验三十 烃、卤代烃的化学性质	144
实验三十一 醇、酚、醛、酮、羧酸的化学性质	148
实验三十二 胺的化学性质	153
实验三十三 碳水化合物的化学性质	158
实验三十四 蛋白质的化学性质	159
<b>第5章 基础有机化学合成实验</b>	<b>163</b>
实验三十五 环己烯的制备	163
实验三十六 正溴丁烷的制备	164
实验三十七 乙醚实验室制备	166
实验三十八 苯乙酮的制备	168
实验三十九 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	171
实验四十 苯甲酸与苯甲醇的制备	173
实验四十一 己二酸的制备	175

实验四十二 苯甲酸的制备	176
实验四十三 肉桂酸的制备	178
实验四十四 乙酰水杨酸的制备	180
实验四十五 乙酸正丁酯的制备	182
实验四十六 苯佐卡因的制备	184
实验四十七 乙酰乙酸乙酯的制备	186
实验四十八 对甲苯磺酸钠的制备	188
实验四十九 乙酰苯胺的制备	189
实验五十 羧甲基纤维素钠的制备	191
实验五十一 二苯甲酮肟的贝克曼重排	192
实验五十二 环己酮、糠醛与氨基脲的竞争反应	194
<b>第 6 章 有机天然产物的提取</b>	199
实验五十三 银杏叶中黄酮类化合物的提取	199
实验五十四 黄连中黄连素的提取	201
实验五十五 槐花米中芦丁和槲皮素的提取	203
实验五十六 油料作物中油脂的提取	205
实验五十七 从烟叶中提取烟碱	207
实验五十八 从八角茴香中提取八角茴香油	209
实验五十九 从茶叶中提取咖啡因	211
<b>第 7 章 综合性与设计性实验</b>	214
实验六十 植物生长调节剂 2,4-二氯苯氧乙酸的制备	214
实验六十一 有机硫杀菌剂代森锌的合成	217
实验六十二 指示剂甲基橙的制备	218
实验六十三 磺胺药物对氨基苯磺酰胺的制备	221
实验六十四 昆虫信息素 2-庚酮的制备	224
<b>参考文献</b>	227
<b>附录</b>	228
附录 1 常用化学试剂的纯化和配制	228
附录 2 实验室常用酸、碱等溶液的配制	232
附录 3 几种酸碱含量、相对密度、浓度对照表	237
附录 4 关于毒性、危害性化学药品的知识	242

# 第1章 有机化学实验基础知识

## 1.1 实验室规则与实验安全

### 1.1.1 实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行，培养学生的实验安全意识和良好的实验方法，且保证实验课的教学质量，参加实验课的学生必须遵守以下有机化学实验室规则：

(1) 进入实验室之前，认真预习相关实验的内容及其参考资料。了解进入实验室后应该注意的事项及相关的操作要求，掌握基础的实验室安全和紧急救护知识。

(2) 做实验之前，应提前认真预习实验内容，了解实验中每一步操作的目的、意义，关键步骤及难点，以及所用药品的性质和应注意的安全问题，写好实验预习报告后，方可进入实验室。

(3) 进入实验室时应穿着实验服，不得穿拖鞋、背心等裸露太多身体部位的服装；在实验室内不能吸烟、吃喝食物、打电话、玩游戏等。书包、衣服等物品应统一放在教师指定的位置或放在实验室外。

(4) 进入实验室后，必须遵守实验室的各项规章制度，听从教师的指导。提前观察清楚实验室的布局，水、电、气阀门的位置，消防器材和紧急喷淋器材的位置和使用方法，找到实验室废液缸等公用物品的存放处。

(5) 做实验时，应先检查仪器是否完整无损，再将实验装置搭装好，实验装置要搭装规范、美观。经指导教师检查合格后方可进行下一步操作。实验过程中，不得喧哗、打闹，不得擅自离开操作台，更不能离开实验室。

(6) 实验中须严格按操作规程操作，如要改变，必须经指导教师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象，如实做好记录，积极思考。实验完成后，由指导教师登记实验结果，并将产品统一回收保管。课后按时写出符合要求的实验报告。

(7) 实验过程中要爱护公物。公用仪器和药品应在指定地点使用，用完后及时放回原处，并保持整洁。节约药品，药品取完后，及时将盖子盖好，防止药品间的相互污染。仪器如有损坏要登记予以补发，并按规章制度赔偿。

(8) 保持实验室的整洁，做到仪器、桌面、地面和水槽的“四净”。固体废弃物(如沸石、棉花等)应倒在垃圾桶中，不得倒入水槽，以免堵塞。废液(易燃液体除外)应倒入专门回收的容器中，注意不要倒错。

(9) 实验过程中若出现意外，应及时向指导教师请示。

(10) 实验结束后，将个人实验台面打扫干净，清洗、整理仪器。学生轮流值日，值日生应负责整理公用仪器和药品，打扫实验室卫生，离开实验室前应检查水、电、气是否关闭，实验室门窗是否关闭。

## 1.1.2 实验安全

有机化学实验中经常要用到一些有毒有害、易燃易爆、腐蚀性较强的化学药品(如乙醚、硫酸、盐酸、氢氧化钠等)。虽然在选择实验时已经尽量选用毒性较低、比较安全的溶剂和试剂,但是当大量使用时也要注意。因此,在实验中防止火灾、爆炸事故的发生是非常重要的。同时,在实验中还要使用易碎的玻璃仪器和电器设备进行操作。因此,安全用电和防止割伤、灼伤事故的发生也非常重要。

### 1. 防火

有机实验中所用的溶剂大多是易燃的,故着火是最可能发生的事故之一。引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂、加热方法不正确等。为了防止着火,实验中应注意:不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学试剂;应根据实验要求和物质的特性选择正确的加热方法,如对沸点低于  $80^{\circ}\text{C}$  的液体,蒸馏时应采用间接加热法,不能直接加热;尽量防止或减少易燃物气体的外逸;处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出;易燃、易挥发的废物不得倒入废液缸和垃圾桶中,应专门回收处理;实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质等。

一旦发现着火,应保持沉着冷静,立即熄灭附近火源,切断电源,移开附近的易燃物质,防止火灾蔓延,并撤离实验室,保证人员安全。有机化学实验室的灭火常采用使燃着的物质隔绝空气的办法,通常不能用水。小火可用湿布、防火毯或沙子盖灭;如果电器着火,必须先切断电源,然后才能用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意:用四氯化碳灭火器灭火时,应打开门窗,否则有光气中毒的危险),绝不能用水和泡沫灭火器灭火,因为它们能导电,会使人触电,甚至死亡;如果衣服着火,切勿奔跑,用厚的外衣包裹使火熄灭,较严重者应躺在地上(以免火焰烧伤头部)用防火毯紧紧包住直至火熄灭。总之,失火时应根据起火原因和火场周围的情况,采取不同的方法扑灭火焰。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭。

需要注意的是,水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物密度比水小,泼水后,火不但不熄,反而漂浮在水面燃烧,火随水流蔓延,将会造成更大的火灾事故。若火势不易控制,应立即拨打火警电话 119。常用灭火器的性能及特点如表 1-1 所示。

表 1-1 常用灭火器的性能及特点

灭火器类型	药液成分	使用范围及特点
二氧化碳灭火器	液态 $\text{CO}_2$	适用于电气设备、小范围的油类、忌水的化学药品着火
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$	适用于油类着火,但污染严重,后处理麻烦
四氯化碳灭火器	液态 $\text{CCl}_4$	适用于电气设备,小范围的汽油、丙酮着火;不能用于活泼金属 K、Na 着火
干粉灭火器	$\text{NaHCO}_3$ 等盐类和适量的润滑剂及防潮剂	适用于油类着火,可燃性气体、电气设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾
1211 灭火器	$\text{CF}_2\text{ClBr}$ 液化气	适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备着火

## 2. 防爆

许多放热反应一旦开始后,就以较快速度进行,生成大量气体,引起猛烈的爆炸,造成事故,有时还会伴随着燃烧。在有机化学实验中,发生爆炸事故一般有以下三种情况:

(1) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时就具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气压达到某一极限时,遇到明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气的相对密度都比空气大,会沿着桌面或地面扩散至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废液缸内,更不能用敞口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限见表 1-2。

表 1-2 常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限

名称	沸点/°C	闪点/°C	爆炸范围 (体积分数)/%	名称	沸点/°C	闪点/°C	爆炸范围 (体积分数)/%
甲醇	64.96	11	6.72~36.5	丙酮	56.2	-17.5	2.55~12.80
乙醇	78.5	12	3.28~18.95	苯	80.1	-11	1.41~7.10
乙醚	34.51	-45	1.85~36.5				

(2) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等在受热或受到碰撞时均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时也有爆炸危险,取用时须先检查其中是否有过氧化物。一般可用碘化钾或低铁盐与硫氰化钾试验,如证明有过氧化物存在,必须用硫酸亚铁酸性溶液处理后再用。过氧化物存在不但易发生爆炸,而且影响实验效果,产生副反应。此外,二氧六环、四氢呋喃及某些不饱和碳氢化合物(如丁二烯)也可因产生过氧化物而引起爆炸。乙醇和浓硝酸混合,会因产生多硝基化合物引起极强烈爆炸。气体混合物反应速率随成分而异,当反应速率达到一定值时,即引起爆炸。例如,氢气与空气或氧气混合达一定比例,遇到火焰就会发生爆炸。乙炔与空气也可形成爆炸混合物。汽油、二硫化碳、乙醚的蒸气与空气相混,小火花或电火花即可导致爆炸。

(3) 仪器安装不正确或实验操作不当时也可引起爆炸,如蒸馏或反应时实验装置堵塞、减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。因此在使用玻璃仪器组装实验之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。常压操作时,不能在密闭的体系内进行加热,应先检查实验装置是否被堵塞,如发现堵塞现象应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续加热或反应。减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

大部分有机溶剂是易燃物质,如果偶尔使用或保管不当,就极易造成燃烧事故,使实验工作受到损失,甚至造成人身事故或火灾。故需注意以下几点:

(1) 进行可能发生爆炸的实验,必须在特殊设计的防爆装置中进行。使用可能发生爆炸的化学药品,必须做好个人防护——戴面罩,或在防爆玻璃通风橱中进行操作,并设法减少药品用量,或降低浓度(如 40%过氧化氢易爆炸,95%肼易爆炸,浓度低危险性小),进行小量试验。不了解性能的实验,必须先了解清楚再动手,切不可大意。

(2) 室内不要保存大量易燃溶剂。少量也需要密塞,切不可放在敞口容器内,须放在阴凉处,并远离明火,不能接近电源及暖气等。对橡皮有腐蚀作用的溶剂不得用橡皮塞。

(3)可燃性溶剂均不能直火加热,必须用水浴、油浴、可调节电压的加热包或电热套。蒸馏乙醚或二硫化碳时更应特别注意,最好用预先加热或通水蒸气加热的热水浴,必须远离火源。

(4)蒸馏、回流易燃液体时,为了防止暴沸及局部过热,瓶内液体量应为容积的 $1/3 \sim 1/2$ ,加热中途不得加入沸石或活性炭,以免液体暴沸冲出导致着火。

(5)注意冷凝管水流是否通畅,干燥管是否阻塞,仪器连接处塞子是否紧密,以免蒸气逸出。用过的溶剂不得倒入下水道,必须设法回收。含有有机溶剂的滤渣不能丢入敞口的废物缸内,燃着的火柴头切不能丢入废物缸内。

除以上化学药品引起爆炸外,也可因温度突变发生爆炸。例如,加水入硫酸;锌加硫酸制氢时,如气体发生器中温度骤降,集气槽内的水极易倒流,可能引起爆炸。

### 3. 防止中毒

日常接触的化学药品有个别是剧毒药,使用时必须十分谨慎;有的药品经长期接触或接触过多也会产生慢性或急性中毒,影响健康,因此必须十分注意。只要提高警惕、加强防护措施,中毒是完全可以避免的。

#### 1) 有毒化学药品侵入人体途径

(1)由呼吸道吸入:有毒气体及有毒药品蒸气经呼吸道侵入人体,经血液循环而至全身,产生急性或慢性全身性中毒。所以,有毒实验必须在通风橱内进行,并保持室内空气流通。

(2)由消化道侵入:这种情况不多,但在使用移液管或吸量管时,注意不得用口吸,必须用洗耳球。任何药品均不得用口尝味,不在实验室内进食,不用实验用具煮食,实验结束时必须洗手,不穿着实验服到食堂、宿舍。

(3)由皮肤黏膜侵入:眼角膜对化学药品非常敏感,因此化学药品对眼睛具有严重的危害。进行实验时,必须戴防护眼镜。一般来说,化学药品不易透过完整的皮肤,但长期接触或皮肤有伤口时很易侵入。同时,用被化学药品沾污的手取食,均能将其带人体内。化学药品如浓酸、浓碱能对皮肤造成化学灼伤。某些脂溶性溶剂、氨基及硝基化合物可引起顽固性湿疹。有的也能经皮肤侵入体内,导致全身中毒,或引起过敏性皮炎。所以在实验操作时,应注意勿使化学药品直接接触皮肤,必要时可戴橡皮手套。

#### 2) 有毒化学药品

(1)有毒气体:如溴、氯、氟、氢氰酸、氟化氢、溴化氢、氯化氢、二氧化硫、硫化氢、光气、氨、一氧化碳均为窒息性或具有刺激性气体。使用以上气体或进行有以上气体产生的实验时,应在通风良好的通风橱中进行。对有害气体须设法吸收(如溴化氢)。如遇大量气体逸至室内,应立即关闭气体发生器,开窗使空气流通,并迅速停止一切实验,停火、停电和离开现场。如遇中毒,可立即将中毒人员抬至空气流通处,静卧、保温,必要时进行人工呼吸或给氧,并送医院治疗。

(2)酸和强碱:硝酸、硫酸、盐酸、氢氧化钠、氢氧化钾均刺激皮肤,有腐蚀作用,造成化学烧伤。吸入强酸烟雾,刺激呼吸道。使用时应加倍小心:

(a)储存碱的瓶子不能用玻璃塞,以免腐蚀。

(b)取碱、碎碱时必须戴防护眼镜及橡皮手套。配制碱液时,必须在烧杯中进行,不能在小口瓶或量筒中进行,以防容器受热破裂造成事故。

(c)稀释硫酸时,必须将硫酸慢慢倒入水中,同时搅拌,不要在不耐热的厚玻璃器皿中进



痛,对中枢神经影响大。滴在皮肤上能引起坏死、溃疡,恢复慢。

(3)苯胺及苯胺衍生物:直接吸入或皮肤吸收均可导致中毒。慢性中毒引起贫血,且其影响持久。

(4)芳香硝基化合物:化合物中硝基越多,毒性越大,在硝基化合物中增加氯原子,也将增加毒性。这类化合物的特点是能迅速被皮肤吸收,中毒后引起顽固性贫血及黄疸病,刺激皮肤引起湿疹。

(5)苯酚:能够灼伤皮肤,引起坏死或皮炎,皮肤被沾染应立即用温水及稀乙醇洗。

(6)生物碱:大多数具有强烈毒性,皮肤也可吸收,少量即可导致危险中毒,甚至死亡。

(7)致癌物:很多烷化剂长期摄入体内有致癌作用,应予以注意,如硫酸二甲酯、对甲苯磺酸甲酯、*N*-甲基-*N*-亚硝基脒、亚硝基二甲胺、偶氮乙烷和一些丙烯酯类等。一些芳香胺类由于在肝脏中经代谢而生成 *N*-羟基化合物而具有致癌作用,如 2-乙酰氨基苻、4-乙酰氨基联苯、2-乙酰氨基苯酚、2-萘胺、4-二甲氨基偶氮苯等。部分稠环芳香烃化合物,如 3,4-苯并蒽、1,2,5,6-二苯并蒽、9-甲基-1,2-苯并蒽及 10-甲基-1,2-苯并蒽等,这些都是致癌物,而 9,10-二甲基-1,2-苯并蒽则属于强致癌物。

因此,使用有毒化学药品时必须小心,不要沾污皮肤、吸入蒸气及溅入口中。实验中涉及有毒化学药品时最好在通风橱内进行工作,戴防护眼镜及橡皮手套,小心开启瓶塞及安瓿,以免破损。使用过的仪器必须亲自冲洗干净,残渣废物须丢在指定的废物缸内。经常保持实验室及实验台面整洁也是避免发生事故的重要措施。进食前必须洗手。

总之,在有机化学实验室中,经常接触易燃、易爆炸及有毒的药品。过去偶尔发生一些燃烧和中毒的差错和事故,分析产生这些差错和事故的原因,有的是麻痹大意,违反了操作规程,有的是不了解危险药品的性质,只要熟悉掌握它们的特性,严格遵守操作规程,差错和事故是可以避免的。

#### 4. 防止灼伤

皮肤接触高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。因此,在接触这些物质时应戴好橡皮手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

(1)被碱灼伤时,先用大量水冲洗,然后用 1%乙酸溶液或饱和硼酸溶液冲洗,再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(2)被酸灼伤时,先用大量水冲洗,然后用 1%~2%碳酸氢钠溶液冲洗,最后涂上烫伤膏。

(3)被溴灼伤时,应立即用大量水冲洗,再用乙醇擦洗或用 2%硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4)被热水烫伤时,一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

(5)被金属钠灼伤时,可见的小块先用镊子移走,然后用乙醇擦洗,再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

以上这些物质一旦溅入眼中(金属钠除外),应立即用大量水冲洗,并及时送医院治疗。

#### 5. 防止割伤

玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细观察伤口有无玻璃碎片。发生割伤后,应先将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水洗涤伤口,若伤势不重,让血流片刻,再用消毒棉花和

硼酸溶液(或双氧水)洗净伤口,涂上碘酒,用创可贴包好;若伤口较深,应用纱布将伤口包好,迅速去医院处理;若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血。具体方法是:立即用绷带扎紧伤口上方5~10 cm处,或用双手掐住压迫止血,并急送医院救治。

实验室应备有急救箱,内置以下物品:

- (1)创可贴、绷带、纱布、棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀、洗眼杯等。
- (2)凡士林、玉树油、硼酸软膏、烫伤油膏等。
- (3)2%乙酸溶液、1%硼酸溶液、1%及5%碳酸氢钠溶液、乙醇、甘油、碘酒等。

## 6. 安全用电及化学危险品

进入实验室后,应首先了解水、电开关及总闸的位置,而且要掌握其使用方法。实验开始时,应先缓缓接通冷凝水(水量要小),再接通电源打开电热套。绝不能用湿手或手握湿物插(或拔)插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关闭电源,再拔插头,然后关冷凝水。值日生在做完值日后,要关闭所有的水闸及总电闸。

化学试剂有化学危险品与非危险品之分,而不少有机化合物属于化学危险品。化学实验者应具有化学危险品的储藏、使用、运输等方面的知识。

中华人民共和国国家标准 GB 12268—2012 规定,化学危险品可分为以下九大类:①爆炸品;②易燃、非易燃无毒、毒性气体;③易燃液体;④易燃固体、易于自燃的物质、遇水放出易燃气体的物质;⑤氧化性物质和有机过氧化物;⑥毒性物质和感染性物质;⑦放射性物质;⑧腐蚀性物质;⑨杂项危险物质和物品,包括危害环境物质。

## 7. 化学危险品的申购

化学危险品是特殊的商品。化学危险品的采购、调拨、销售活动必须持有化学危险品经营许可证。实验室所需的少量化学危险品应向持有合法经营许可证的企业采购。

## 8. 化学危险品的运输

运输化学危险品必须按照国家有关危险货物运输管理规定办理。装运化学危险物品时,不得客货混装。载客的火车、船舶、飞机机舱不得装运化学危险品。禁止乘客随身携带、夹带化学危险品乘坐上述交通工具。在异地采购化学危险品时,可在经营企业办理委托快件托运,以便及时满足实验工作的需要。

# 1.2 有机化学实验常用仪器

## 1.2.1 玻璃器皿

玻璃的化学成分为  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{ZnO}$  等。其中  $\text{SiO}_2$  和  $\text{B}_2\text{O}_3$  的熔点较高,故  $\text{SiO}_2$  和  $\text{B}_2\text{O}_3$  组成比例高的玻璃具有较好的热稳定性和化学稳定性,能耐受较大的急变温差,受热不易发生破裂,此类玻璃称为硬质玻璃,主要用于制备允许加热的烧器类仪器。相反, $\text{SiO}_2$  和  $\text{B}_2\text{O}_3$  含量较低的玻璃,其耐热性、耐急变温差较小,硬度较低,称为软质玻璃,这类玻璃器皿不适合直火加热,加热后也不宜骤冷。


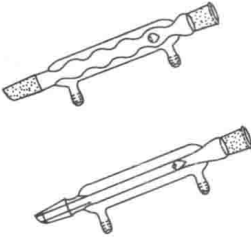

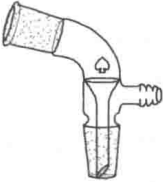



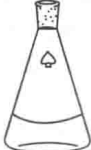
## 1. 玻璃仪器的种类

玻璃仪器种类繁多,用途各异。一般按能否直接或间接加热,分为烧器和非烧器两大类;按用途和结构特点,分为烧器、量器、瓶类、管类和棒类、加液器和过滤器、有关气体操作的玻璃仪器、标准磨口仪器和其他类八大类。有机化学实验常用玻璃仪器和实验器材如表 1-3 所示。

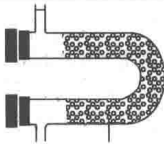

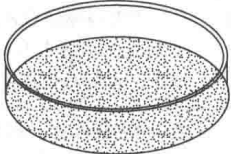

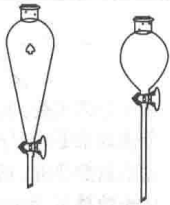

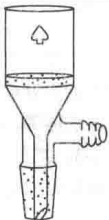
表 1-3 有机化学实验常用玻璃仪器和实验器材

名称	图示	常用规格	主要用途和注意事项
烧杯		普通、硬度、低型、带把,容积有 1 mL、5 mL、10 mL、15 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、400 mL、600 mL、1000 mL、2000 mL	配制溶液或溶样,加热时液体体积不超过容积的 2/3,火焰加热,需置于石棉网上均匀受热,不可干烧,不可用于盛放挥发性物品,禁止用于加热易燃物
量筒、量杯		具塞、无塞、量筒式,容积有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL、2000 mL 等	用于粗略量取一定体积的液体,不可加热,不可用于配制溶液,不能在烘箱内烘干,不能盛放热溶液,要沿壁加入或倒出液体
圆底烧瓶		烧瓶有圆底、平底、长颈、短颈、单颈、双颈、三颈,容积有 50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等	适用于合成反应、常压和减压蒸馏、分馏、水蒸气蒸馏、回流等。三颈烧瓶和双颈烧瓶可以安装温度计、搅拌器、滴液漏斗等其他装置,为使受热均匀,一般不用直火加热
普通蒸馏头 (三通管)		以长度 mm 表示,常用磨口仪器	主要用于普通蒸馏、水蒸气蒸馏,侧管连接冷凝管,上口安装温度计,温度计水银球上缘与侧管下缘水平,此处恰为气液共存平衡处,可测沸点
蒸馏弯管		以长度和角度表示,角度多为 75°~105°,常用磨口仪器	蒸馏时若无必要监测温度,可以此替代蒸馏头做简易蒸馏
克氏蒸馏头		以长度 mm 表示,常用磨口仪器	主要用于减压蒸馏。减压蒸馏时应在连接处涂润滑油剂,保证其密闭性。侧管连接冷凝管温度计位置同上,也是沸点测量处
双口接管 (Y 形管)		有长度和口径之分	可用于单颈烧瓶上,替代双颈烧瓶,或与蒸馏头配合,作分馏头使用

续表

名称	图示	常用规格	主要用途和注意事项
温度计套管		以长度 mm 表示, 常用磨口仪器	固定和密封温度计, 注意温度计粗细要合适, 螺旋盖内密封垫要保持密封良好, 尤其在真空系统中
水冷凝管		有不同的长度和口径规格, 如 200 mm、400 mm 等, 常用磨口仪器	蒸馏或回流时用于冷却蒸气, 适用于沸点在 140℃ 以下物质的蒸气冷却。冷却效果蛇形冷凝管 > 球形冷凝管 > 直形冷凝管, 但使用蛇形冷凝管和球形冷凝管需要垂直安装, 而直形冷凝管只要有一定的倾斜角度即可, 可平伏倾斜使用。冷却效果还与冷却水速度有关, 沸点较低可加快水速度, 沸点稍高可减缓水速度。进出水管处易断裂, 操作时要小心, 可用水润湿后插入水管
空气冷凝管		有不同的长度和口径规格, 如 200 mm、400 mm 等, 常用磨口仪器	适用于沸点在 140℃ 以上物质的蒸气冷却。为加强冷却效果, 可增加长度, 加热控制应使蒸气上升高度在总长度的一半以下, 否则蒸气易溢出
尾接管 (接收管) (接引管) (接液管)		有真空接收管和普通接收管, 以长度和口径 mm 表示	磨口真空接收管, 尾部支管连接真空泵, 可用于减压蒸馏接收, 尾部支管连接导管可将有毒有害气体导出。也可用于普通蒸馏。磨口普通接收管仅用于一般蒸馏。无论哪种接收管常压蒸馏, 尾部应与大气相通, 不要装成密封装置
多尾接收管		以口径 mm 表示, 有两尾、三尾、四尾接收管	用于多组分不同沸点区间组分的减压蒸馏、馏分接收, 接收管与接收器之间可旋转, 注意保持稳定, 连接处的密封性减压时, 要避免外力冲击
分馏柱		以长度 mm 表示, 常用磨口仪器。主要有垂刺和填充两种类型	用于分馏实验, 相同长度, 填充分馏柱的分流效果更好。分馏柱分离效果通常用理论塔板数评价, 两组分沸点差越小, 所需塔板数越多。影响分馏柱分离效果的因素主要有温度梯度、热交换效率、塔板数、分流比等
磨口玻璃塞 (空心塞)		以口径和长度表示	用于同口径的磨口仪器的加塞
三角烧瓶 (锥形瓶)		具塞和无塞, 容积有 5 mL、10 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等	用于加热处理试样、滴定分析、临时存放挥发液体等。加热时溶液体积不超过容积的 2/3, 加热时要打开塞子, 非标口瓶塞子要保持原配

续表

名称	图示	常用规格	主要用途和注意事项
干燥管		以口径 mm 表示, 现多用磨口, 有弯形、直形	盛入干燥剂, 用于干燥气体或无水反应装置, 干燥剂大小适中, 不与气体发生反应, 两端需用棉花塞好, 干燥剂变潮后应立即更换
索氏提取器		以提取筒大小表示, 现在一般为标准口	主要用于提取分离, 虹吸管和恒压侧管较薄, 使用时要小心, 防止破裂
培养皿		直径有 60 mm、75 mm、95 mm、100 mm、125 mm、150 mm 等	可用于纸层析展开和生物学培养
滴液漏斗		有球形、梨形、筒形之分, 带恒压管, 为恒压滴液漏斗, 容积有 50 mL、100 mL、150 mL、250 mL 等	用于在回流或蒸馏等装置上滴加液体, 滴液漏斗应用于压力体系, 侧面恒压管易破碎, 使用时要小心, 旋塞要涂抹凡士林进行密封和润滑
分液漏斗		有球形、梨形分液漏斗, 容积有 50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等	用于液液萃取, 分液。旋塞使用前要用凡士林密封、润滑, 使用后洗净, 并夹垫纸片。上、下塞为非标准口, 注意不要弄丢、弄混
锥形漏斗		锥角 60°, 规格以颈长和口径表示, 有常量、少量、微量	长颈漏斗用于定量分析过滤沉淀, 短颈漏斗用于一般过滤, 不可直接加热, 据沉淀量多少选择漏斗大小, 玻璃钉漏斗可用于少量沉淀过滤
砂芯漏斗		根据玻璃砂芯漏斗的砂芯孔隙大小, 分为 G1~G6 等型号。以容积或口径表示, 有 30 mm、40 mm、50 mm、60 mm、80 mm	G1: 大沉淀和胶状沉淀滤除; G2: 大沉淀滤除和气体洗涤; G3: 细沉淀滤除和汞过滤; G4: 细沉淀滤除; G5: 较大杆菌和酵母菌滤除; G6: 滤除 0.6~1.4 μm 的病菌必须抽滤, 不能急冷急热, 不能过滤氢氟酸和碱等, 用毕立即洗净