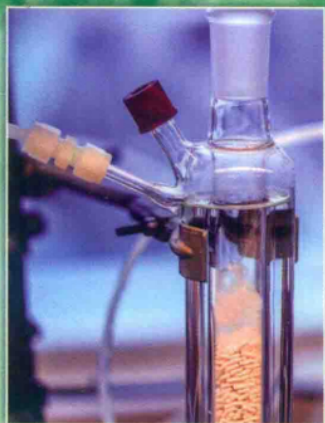




全国普通高等院校工科化学规划精品教材



# 有机化学 实验

✦ 尚雪亚 程昊 主编

**YOUJI HUAXUE  
SHIYAN**



华中科技大学出版社  
<http://www.hustp.com>

## 内 容 提 要

本书内容包括常用有机化学实验基本技能和各类常见有机化合物的制备、提取、分离提纯等方法的训练,具体包括有机化学实验的一般知识、有机化合物物理性质测定及纯化实验、色谱法、有机化合物的制备实验、有机化合物的提取实验、应用新实验技术的实验、有机化合物的性质实验等几部分。为了帮助参加研究生入学考试或参加应聘相关工作考试的同学复习有机化学实验的理论知识,本书还收集了一些有机化学实验的理论练习题,包括判断题、选择题、填空题、问答题等,并附有答案。

本书可以作为工科大学院校相关专业的教材,也可作为与有机化学实验相关的一些竞赛的培训教材,还可供从事相关工作的技术工作者、研究工作者参考使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/尚雪亚,程昊主编. —武汉:华中科技大学出版社,2020.10  
ISBN 978-7-5680-6638-9

I. ①有… II. ①尚… ②程… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2020)第 179884 号

## 有机化学实验

Youji Huaxue Shiyān

尚雪亚 程昊 主编

策划编辑:陈培斌

责任编辑:余涛

封面设计:秦茹

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

电话:(027)81321913

武汉市东湖新技术开发区华工科技园

邮编:430223

录排:华中科技大学惠友文印中心

印刷:武汉科源印刷设计有限公司

开本:787mm×1092mm 1/16

印张:15.75 插页:1

字数:395千字

版次:2020年10月第1版第1次印刷

定价:48.00元



华中大

本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换  
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务  
版权所有 侵权必究

# 前 言

众所周知,开设“有机化学实验”课程的主要目的是培养学生的动手能力,具体地说,就是训练学生对有机化学实验基本操作技能的掌握,但在教学实践中,其效果往往不尽如人意。许多学生经常不注重对操作技能的把握,只会“照方抓药”或“看谱做菜”,结果是“只见树木,不见森林”,以至于本课程学习到最后,还是不能系统掌握有机化学实验的基本操作技能。我们觉得造成这种现象的原因之一,可能是我们常用的《有机化学实验》教材对有机化学实验的基本操作的编排不够突出,也不够系统。因此,本书尝试把大学本科阶段常用的有机化学实验的基本操作从相关实验中分离出来,附在某个相关实验的后面(单列为实验的基本操作除外),并在各个实验的实验目的中提出对相关操作技能训练的要求。为了便于学生系统学习和查阅,所有的有机化学实验基本操作最后被编成索引,列在本书的“附录1”中。同学可通过查阅“附录1 基本操作索引”找到该操作所在页面进行预习。

根据国家现阶段发展的需要,我们在培养目标中又增加了学生“创新创业”能力培养的内容。为此,本书也选编了一些既有实用性,又有趣味性的实验,如“驱蚊剂N,N-二乙基间甲基苯甲酰胺的制备”“糖精钠的制备”“玫瑰香精的制备”“从果皮中提取果胶”“从毛发中提取胱氨酸”等,供同学们课余时间进行“创新创业”练手。

科技发展日新月异,一些新的实验技术不断地被引入有机化学实验中,为了让学生在在这方面得到训练,我们选编了一些“应用新实验技术的实验”供大家选用。

近些年有多所高校发生了大的安全事故,给我们的安全教育也敲响了警钟。为此,我们除了在本书第一部分编写了实验室常见安全事故的预防和处理的内容外,还在附录中选列了“常用危险化学品的使用与保存”内容,供学生使用本书时参考,以培养学生的安全意识。

化学试剂的物理性质对实验方案的设计起着重要的作用。实验的温度控制、分离、洗涤的方法等,往往需要根据原料或产物的物理性质来设定。随着互联网的普及,查询化合物的性质参数变得非常容易,我们在每个制备实验的“预习及操作过程指导”中,都给出了实验所用的主要试剂或产物的表格,要求同学们应用互联网查出表格中所列物质的相关物理性质参数并填入表格,以培养学生的专业素养。

本书在编写过程中,参阅了许多兄弟院校的教材,在此,我们一并表示诚挚的感谢。

本书由郑州轻工业大学材料与化学工程学院尚雪亚教授和广西科技大学生物与化学工程学院程昊副研究员编写。尚雪亚主要编写了第一部分至第四部分及第六部分的内容,程昊主要编写了第五部分、第七部分、第八部分及附录的内容。广西科技大学生物与化学工程学院的黄文艺副院长参与了编写内容的讨论。

由于编者的水平有限,尽管我们对本书内容进行了认真的核验,书中难免还存在着错误和不足的地方。若大家在使用过程中发现问题,请通过出版社告诉我们,我们会在后续印刷或再版时修改。

编 者

2020年8月

# 目 录

---

---

第一部分 有机化学实验的一般知识 .....	(1)
1.1 实验室规则 .....	(1)
1.2 实验室的安全 .....	(1)
1.2.1 着火事故的预防及处理 .....	(2)
1.2.2 爆炸事故的预防 .....	(2)
1.2.3 割伤、烫伤、灼伤的预防及处理 .....	(3)
1.2.4 中毒的预防及处理 .....	(4)
1.2.5 安全用电 .....	(4)
1.3 有机化学实验室的常用仪器、装置和设备 .....	(5)
1.3.1 普通玻璃仪器 .....	(5)
1.3.2 标准磨口玻璃仪器 .....	(5)
1.3.3 常用金属用具 .....	(8)
1.3.4 仪器的选择、装配与拆卸 .....	(8)
1.4 玻璃仪器的洗涤和干燥 .....	(9)
1.4.1 玻璃仪器的洗涤 .....	(9)
1.4.2 玻璃仪器的干燥 .....	(9)
1.5 玻璃仪器的保养 .....	(10)
1.6 简单玻璃加工 .....	(11)
1.6.1 玻璃管(棒)的洁净和切割 .....	(11)
1.6.2 拉玻璃管 .....	(12)
1.6.3 弯玻璃管 .....	(12)
1.6.4 玻璃钉、搅拌棒的制备 .....	(13)
1.7 化学试剂的取用和转移 .....	(13)
1.7.1 化学试剂的规格 .....	(13)
1.7.2 化学试剂的称量 .....	(14)
1.7.3 液体试剂的量取 .....	(14)
1.8 实验预习、实验报告的基本要求及示例 .....	(14)
1.8.1 实验预习及实验记录 .....	(14)
1.8.2 实验报告 .....	(15)
1.9 有机化合物结构的波谱鉴定基础 .....	(16)
1.9.1 紫外光谱 .....	(17)
1.9.2 红外光谱 .....	(20)
1.9.3 核磁共振谱 .....	(24)
1.9.4 质谱 .....	(27)

<b>第二部分 有机化合物物理性质测定及纯化实验</b> .....	(31)
实验 1 折光率的测定 .....	(31)
实验 2 熔点及沸点(微量法)测定 .....	(33)
附基本操作 1:温度计的校正 .....	(36)
附基本操作 2:加热和冷却 .....	(38)
实验 3 旋光度的测定 .....	(41)
实验 4 石油醚的纯化 .....	(43)
附基本操作 3:分液漏斗的使用和液体有机化合物的洗涤 .....	(44)
附基本操作 4:干燥 .....	(46)
<b>第三部分 色谱</b> .....	(49)
实验 5 薄层色谱 .....	(49)
实验 6 柱色谱 .....	(53)
实验 7 纸色谱 .....	(58)
<b>第四部分 有机化合物的制备实验</b> .....	(61)
实验 8 环己烯的制备 .....	(61)
附基本操作 5:常压蒸馏 .....	(62)
附基本操作 6:分馏原理简介 .....	(64)
实验 9 2-硝基-1,3-苯二酚的制备 .....	(66)
附基本操作 7:水蒸气蒸馏 .....	(67)
附基本操作 8:抽滤、固体有机化合物的洗涤 .....	(69)
实验 10 1,2-二苯乙烯的绿色溴化 .....	(70)
实验 11 2-叔丁基-对苯二酚的制备 .....	(71)
附基本操作 9:机械搅拌器的安装使用 .....	(72)
实验 12 邻硝基苯酚、对硝基苯酚的制备 .....	(74)
实验 13 叔丁基氯的制备 .....	(76)
实验 14 正溴丁烷的制备 .....	(77)
附基本操作 10:回流 .....	(79)
附基本操作 11:有害气体的吸收 .....	(79)
实验 15 正丁醚的制备 .....	(80)
实验 16 苯乙醚的制备 .....	(81)
附基本操作 12:减压蒸馏 .....	(83)
实验 17 2-甲基-2-己醇的制备 .....	(86)
实验 18 苯甲醇的制备 .....	(87)
附基本操作 13:相转移催化 .....	(88)
附基本操作 14:萃取 .....	(89)
实验 19 苯乙酮的制备 .....	(92)
实验 20 三苯甲醇的制备 .....	(94)
实验 21 二苯甲醇的制备 .....	(95)
实验 22 十二烷基硫酸钠的制备 .....	(96)

实验 23	2-乙基-2-己烯醛的制备	(97)
实验 24	双酚 A 的制备	(98)
实验 25	环己酮的制备	(99)
实验 26	环戊酮的制备	(101)
实验 27	对硝基苯甲酸的制备	(102)
实验 28	烟酸的制备	(103)
实验 29	己二酸的制备	(104)
实验 30	肉桂酸的制备	(105)
实验 31	氢化肉桂酸的制备	(107)
实验 32	2,4-二氯苯氧乙酸的制备	(110)
实验 33	乙酸乙酯的制备	(112)
实验 34	乙酸正丁酯的制备	(113)
实验 35	乙酰苯胺的制备	(115)
	附基本操作 15:重结晶	(116)
实验 36	乙酰氯的制备	(120)
实验 37	丙烯酰胺的制备	(121)
实验 38	$\epsilon$ -己内酰胺的制备	(122)
实验 39	内形双环[2,2,1]-2-庚烯-5,6-二甲酸酐的制备	(124)
实验 40	邻氨基苯甲酸的制备	(125)
实验 41	乙酰乙酸乙酯的制备	(126)
实验 42	二苯叉丙酮的制备	(128)
实验 43	2-庚酮的制备	(129)
实验 44	反式肉桂酸的光化二聚	(131)
实验 45	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	(132)
实验 46	苯胺的制备	(133)
实验 47	8-羟基喹啉的制备	(134)
实验 48	甲基橙的制备	(136)
实验 49	酸性橙 II (2 号橙)染料的合成和织物的染色	(137)
实验 50	7,7-二氯二环[4,1,0]庚烷的制备	(140)
实验 51	五乙酸葡萄糖酯的制备	(142)
实验 52	苯佐卡因的制备	(143)
实验 53	磺胺醋酰钠的制备	(146)
实验 54	玫瑰香精的制备	(147)
实验 55	驱蚊剂 N,N-二乙基间甲基苯甲酰胺的制备	(149)
实验 56	糖精钠的制备	(150)
<b>第五部分</b>	<b>有机化合物的提取实验</b>	<b>(154)</b>
实验 57	从茶叶中提取咖啡因	(154)
	附基本操作 16:升华	(156)
实验 58	从黄连中提取黄连素	(158)

实验 59	从果皮中提取果胶	(159)
实验 60	菠菜色素的提取和分离	(160)
实验 61	从红辣椒中分离红色素	(162)
实验 62	从毛发中提取胱氨酸	(165)
实验 63	从橙皮中提取柠檬烯	(167)
<b>第六部分</b>	<b>应用新实验技术的实验</b>	(169)
实验 64	微波辐射法制备查尔酮	(169)
实验 65	微波辐射法合成淀粉接枝丙烯酸吸水性树脂	(170)
实验 66	超声波辐射法制备 2-甲基-1-苯基-2-丙醇	(172)
实验 67	超声波辐射法制备 4-硝基苯甲酸乙酯	(174)
实验 68	电解法制备碘仿	(176)
实验 69	电解法制备二十六烷	(178)
<b>第七部分</b>	<b>有机化合物的性质实验</b>	(180)
实验 70	烃类的性质	(180)
实验 71	卤代烃的性质	(181)
实验 72	醇、酚、醚的性质	(182)
实验 73	醛、酮的性质	(184)
实验 74	羧酸及其衍生物的性质	(186)
实验 75	胺的性质	(187)
实验 76	糖的性质	(189)
实验 77	氨基酸和蛋白质的性质	(191)
<b>第八部分</b>	<b>实验习题集锦</b>	(193)
一、判断题		(193)
二、选择题		(197)
三、填空题		(204)
四、问答题		(209)
<b>附录</b>		(216)
附录 1	基本操作索引	(216)
附录 2	常用试剂的共沸混合物	(216)
附录 3	常用有机溶剂沸点、密度表	(218)
附录 4	常用有机分析试剂的配制	(219)
附录 5	常用干燥剂的性能及应用范围	(221)
附录 6	常用危险化学品的使用与保存	(222)
附录 7	有机化学实验常用工具书	(225)
附录 8	实验习题集锦参考答案	(227)

# 第一部分

## 有机化学实验的一般知识

### 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,培养良好的实验习惯,并保证实验课的教学质量,学生必须遵守有机化学实验室的规则。实验室规则一般包括以下内容:

- (1) 必须遵守实验室的各项规章制度,听从老师的指导。
- (2) 每次做实验前,认真预习有关实验的内容及相关的参考资料。了解每一步操作的目的、意义,实验中的关键步骤及难点,以及所用药品的性质和应注意的安全问题,并写好实验预习报告。没有达到预习要求者,不得进行实验。
- (3) 实验中严格按操作规程操作。如要改变,必须经指导老师同意。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,由指导老师登记实验结果,并将产品回收统一保管。按时写出符合要求的实验报告。
- (4) 在实验过程中,不得大声喧哗、打闹,不得擅自离开实验室。不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室,要穿实验工作服以保护身体,必要时应佩戴防护眼镜。
- (5) 实验室内不能吸烟和吃东西。
- (6) 发生意外事故时,要镇静,及时采取应急措施,并立即报告指导老师。实验中出现问题,必须报告老师,做出恰当处理。
- (7) 应经常保持实验室的整洁,做到仪器、桌面、地面和水槽四净。实验装置要规范、美观。固体废弃物及废液应倒入指定地方,不能随意扔掉或倒入水槽里。
- (8) 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,并保持其整洁。节约药品,药品取完后,及时将盖子盖好,严格防止药品的相互污染。仪器如有损坏,要登记予以补发,并按制度赔偿。
- (9) 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、药品和器材,打扫实验室卫生,离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

### 1.2 实验室的安全

掌握实验室安全知识对于每个实验工作者都是非常重要的,因为很多有机化合物具有易燃、易爆和毒性等特性。与其他化学实验相比,有机化学实验存在更多的潜在危险。只有提高安全意识,加强防护措施,才能避免危险,防止事故发生。

### 1.2.1 着火事故的预防及处理

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是有机实验室常见的事故之一,应尽可能避免使用明火。

实验操作过程中应遵循以下防火基本原则:

(1) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时即具有较大的蒸气压。当空气中易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇有明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气都较空气的比重大,会沿着桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸中,更不能用开口容器盛放易燃溶剂。转移易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂),整套装置切勿漏气,接收器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。倾倒和存放有机溶剂时,务必远离火源。不要将大量易燃溶剂存放在实验室内,应当储存在危险品仓库中。

(2) 废弃有机溶剂不可倒在水槽和下水道中,以免引起下水道起火。

(3) 蒸馏易燃物质时,装置不能漏气。如发现漏气,应立即停止加热,检查原因。若因塞子被腐蚀,则待冷却后,才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器如三角烧瓶等。从蒸馏装置接收瓶排出尾气的出口应远离火源,最好用橡皮管引入下水道或室外。

(4) 切勿将易燃液体放在敞口容器(如烧杯)中直火加热。

(5) 用油浴加热蒸馏或回流时,必须十分注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因,主要是橡皮管套进冷凝管上不紧密,开动水阀过快,水流过猛把橡皮管冲出来,或者由于套不紧漏水。所以,要求橡皮管套入冷凝管侧管时要紧密,开动水阀时也要慢动作,使水流慢慢通入冷凝管内。

(6) 当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱中或在指定地方进行,室内应无火源。

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

(8) 使用金属钠时必须小心避免其接触到水,含有钠残渣的废物不得倾倒入水槽或废物缸中。

(9) 万一发生失火,切勿惊慌失措,要冷静沉着应对,及时采取措施,防止事故扩大。若是烧瓶上的小火,通常只需用一块石棉网或表玻璃盖住瓶口,即可迅速熄灭。若是火势较大,首先应立即切断实验室电源,使用灭火器(二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、四氯化碳灭火器)、黄沙等将火熄灭。油浴及有机溶剂着火,切忌用水灭火,这反而会引起火势蔓延。万一衣服着火,切勿在实验室内奔跑,加剧火焰燃烧,以致将火种引至他处;应该用防火毯包裹熄灭。如果火焰较大,应躺在地上(以防烧向头部),裹紧防火毯至其熄灭。也可在地上滚灭,或打开近处自来水冲淋熄灭。若有轻度烧伤或烫伤者,可涂抹“烫伤软膏”。伤势严重者,应立即送往医院急救。

### 1.2.2 爆炸事故的预防

有机化学实验使用药品试剂品种繁多,实验操作手段变化多样,实验中难免会遇到易燃易爆试剂药品和具有潜在爆炸危险的操作。所以防爆是另一重要安全防护措施。

实验操作过程中应遵循下列的防爆基本原则：

(1) 蒸馏装置必须正确安置,不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通;减压蒸馏时,不能用三角烧瓶、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,否则易发生爆炸,而应选用圆底烧瓶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。

(2) 切勿使易燃易爆的气体接近火源,有机溶剂如醚类和汽油一类物质的蒸气与空气相混时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(3) 使用氢气、乙炔气等,要注意保持室内空气流通,严禁明火,并防止产生火星,如敲击、鞋钉摩擦、马达炭刷或电器开关等都可能产生火花。

(4) 使用乙醚等醚类时,必须检查有无过氧化物存在。如果发现有过氧化物存在,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物,才能使用(除去乙醚中过氧化物的方法详见附录6)。使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(5) 对于易爆炸的固体,如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等,都不能重压或撞击,以免引起爆炸。对于这些危险固体的残渣,必须小心销毁。例如,重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解,重氮化合物可加水煮沸使它分解,等等。

(6) 卤代烷勿与金属钠接触,因反应剧烈易发生爆炸。钠屑必须放在指定的地方。

(7) 使用易燃、易爆药品或进行潜在有爆炸危险的操作和反应时,务必注意防护,采取适当的防爆措施,如注意戴好防护眼镜、防护面罩,用防护屏遮挡,或在通风橱内安装仪器并进行操作。

### 1.2.3 割伤、烫伤、灼伤的预防及处理

(1) 玻璃割伤。玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎粒。如有,应先把伤口处的玻璃碎粒取出。若伤势不重,先进行简单的急救处理,如涂上碘伏、红汞或紫药水,小伤口用创可贴包裹;若伤口严重、流血不止,可在伤口上部约10 cm处用纱布扎紧,减慢流血,压迫止血,并随即到医院就诊。

(2) 烫伤。轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏,重伤者涂以烫伤油膏后即送医务室诊治。

(3) 药品的灼伤。皮肤接触了腐蚀性物质后可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

#### ①酸灼伤。

皮肤上——立即用大量水冲洗,然后用5%碳酸氢钠溶液洗涤后,涂上油膏,并将伤口扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的酸,立即用水冲洗,用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗后,即到医院就诊,或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入少许蓖麻油。

衣服上——依次用水、稀氨水和水冲洗。

地板上——撒上石灰粉,再用水冲洗。

#### ②碱灼伤。

皮肤上——先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤,再涂上油膏,并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤后,滴入蓖麻油。

衣服上——先用水洗,然后用 10%醋酸溶液洗涤,再用氢氧化铵中和多余的醋酸,后用水冲洗。

### ③溴灼伤。

如溴弄到皮肤上时,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开,可对着盛有酒精的瓶口努力睁开,注视片刻,症状会缓解。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的措施。如伤势较重,在急救之后,应速送医院诊治。

## 1.2.4 中毒的预防及处理

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。预防中毒应做到:

(1) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是毒品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(2) 剧毒药品应妥善保管,不许乱放。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用毒物者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须做妥善而有效的处理,不准乱丢。

(3) 有些剧毒物质会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后应立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重的会造成中毒死伤事故。

(4) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头部伸入橱内。

(5) 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。

一般药品溅到皮肤上,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。当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。

有毒药品溅入口中尚未咽下者应立即吐出,并用大量水冲洗口腔。已经吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医院。

腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。无论酸或碱中毒,都要再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物:先用牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部催吐,然后立即送医院。

吸入气体中毒者,先将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴时,可用碳酸氢钠漱口。

## 1.2.5 安全用电

现代实验室,电是必不可少的能源,各种仪器的加热、搅拌等基本实验操作都离不开电,因此,安全用电就成了有机化学实验必须重视的事情。

所谓安全用电,就是指防止人员触电和电气火灾事故,保障人身、财产安全和实验的顺利进行。

使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或用手握湿的物体接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线,实验后应切断电源,再将连接电源的插头拔下。

实验时要注意电源是否发热发烫、是否有焦糊气味散发、是否有电器材料老化等现象。若发现异常现象,则应立即切断电源,请人抢修,不能拖延,以免发生意外。

## 1.3 有机化学实验室的常用仪器、装置和设备

### 1.3.1 普通玻璃仪器

玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差,但是价格便宜,因此,一般用它制作的仪器均不耐温,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝管等。

玻璃仪器一般分为普通和标准磨口两种。在实验室把非磨口的玻璃仪器称为普通玻璃仪器,如图 1-1 所示。普通玻璃仪器通常需要与橡皮塞匹配,使用时经常需要给橡皮塞打孔,操作比较麻烦。

### 1.3.2 标准磨口玻璃仪器

常用的磨口玻璃仪器都是标准口的,如图 1-2 所示。标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于磨口、磨塞尺寸的标准化、系统化,磨砂密合,凡属于同类规格的接口,均可任意互换,各部件能组装成各种配套仪器。当不同类型规格的部件无法直接组装时,还可使用变接头使之连接起来。使用标准磨口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦,又能避免反应物或产物被塞子玷污的危险;磨口、磨塞磨砂性能良好,其密合性可达较高真空度,对蒸馏,尤其减压蒸馏有利,对于毒物或挥发性液体的实验较为安全。

标准磨口玻璃仪器,均按国际通用的技术标准制造。当某个部件损坏时,可以选购替换。

标准磨口仪器的每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志,表明规格。常用的有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等。

有的标准磨口玻璃仪器有两个数字,如 10/30,10 表示磨口大端的直径为 10 mm,30 表示磨口的高度为 30 mm。

平时实验使用的常量仪器一般是 19 号的磨口仪器,半微量实验中采用的是 14 号的磨口仪器。

使用标准磨口玻璃仪器时应注意以下几点:

- (1) 使用时,应轻拿轻放。
- (2) 不能用明火直接加热玻璃仪器(试管除外),加热时应垫以石棉网。
- (3) 不能用高温加热不耐热的玻璃仪器,如抽滤瓶、普通漏斗、量筒。

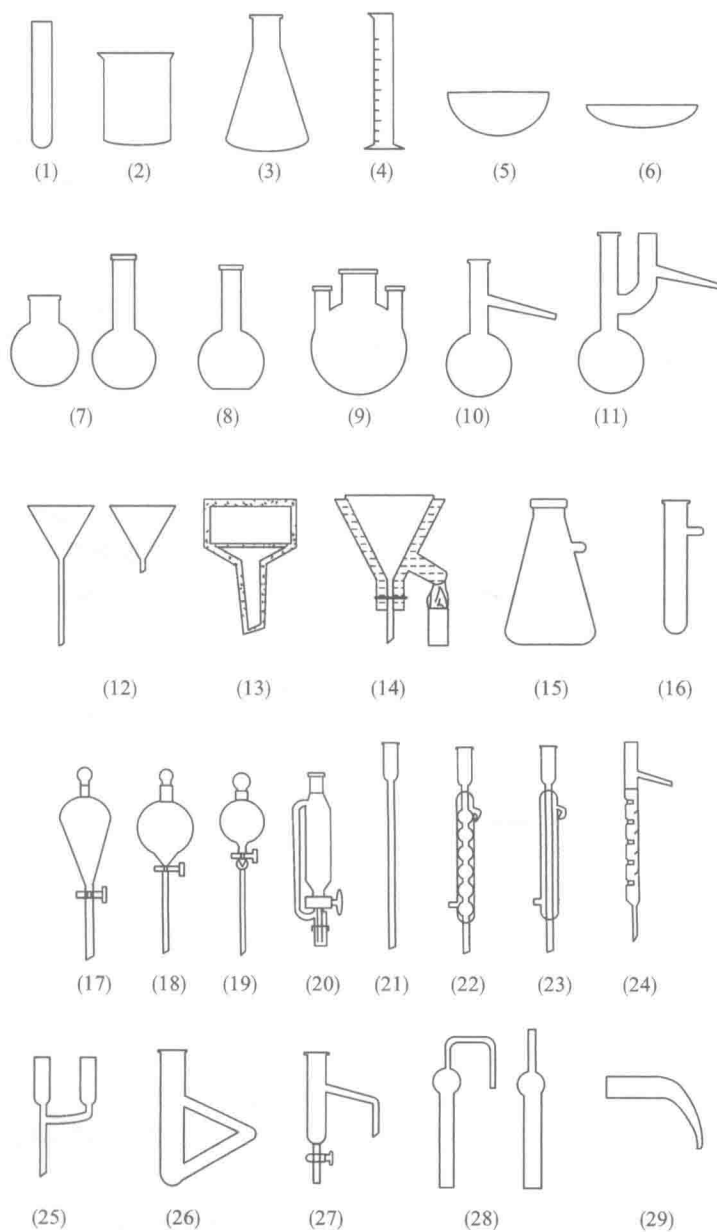


图 1-1 普通玻璃仪器

- (1) 试管; (2) 烧杯; (3) 锥形瓶; (4) 量筒; (5) 蒸发皿; (6) 表面皿; (7) 圆底烧瓶; (8) 平底烧瓶;  
 (9) 三口烧瓶; (10) 蒸馏瓶; (11) 克氏蒸馏瓶; (12) 玻璃漏斗; (13) 布氏漏斗; (14) 热滤漏斗;  
 (15) 抽滤瓶; (16) 抽滤管; (17) 梨形分液漏斗; (18) 圆形分液漏斗; (19) 滴液漏斗; (20) 恒压漏斗;  
 (21) 空气冷凝管; (22) 球形冷凝管; (23) 直形冷凝管; (24) 刺形分馏柱; (25) Y形管;  
 (26) 熔点测定管; (27) 水分分离器; (28) 干燥管; (29) 接管

(4) 玻璃仪器使用完后应及时清洗,特别是标准磨口玻璃仪器放置时间太久,容易黏结在一起,很难拆开。如果发生此情况,可用热水煮黏结处或用电风吹母口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌轻轻敲打黏结处。

(5) 带旋塞或具塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口的接触处夹放纸片,以防黏结。

(6) 标准磨口玻璃仪器磨口处要干净,不得粘有固体物质。清洗时,应避免用去污粉擦洗磨口,否则,会使磨口连接不紧密,甚至会损坏磨口。

(7) 安装仪器时,应做到横平竖直,磨口连接处不应受歪斜的应力,以免仪器破裂。

(8) 一般使用时,磨口处无需涂润滑剂,以免黏附反应物或产物。但是反应中使用强碱时,则要涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而黏结在一起,无法拆开。当减压蒸馏时,应在磨口连接处涂真空脂,保证装置密封性好。

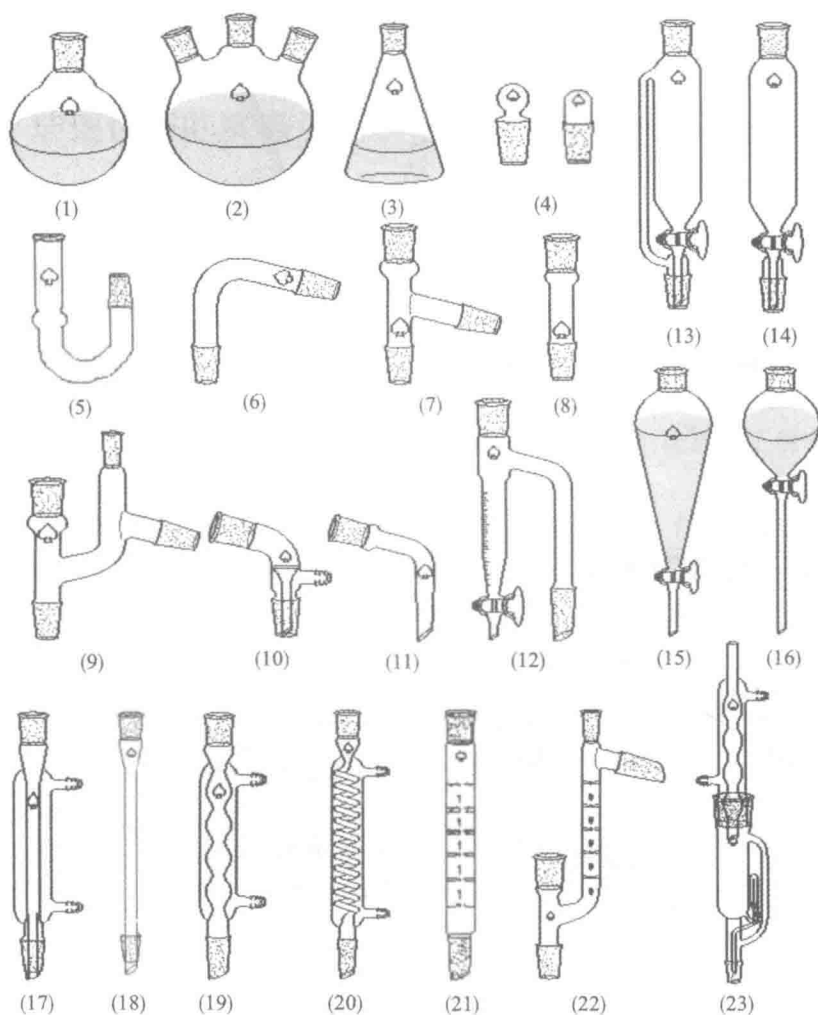


图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器

- (1) 圆底烧瓶;(2) 三口烧瓶;(3) 磨口锥形瓶;(4) 磨口玻璃塞;(5) U 形干燥管;  
 (6) 弯头;(7) 蒸馏头;(8) 标准接头;(9) 克氏蒸馏头;(10) 真空接收管;  
 (11) 弯形接收管;(12) 分水器;(13) 恒压漏斗;(14) 滴液漏斗;  
 (15) 梨形分液漏斗;(16) 球形分液漏斗;(17) 直形冷凝管;(18) 空气冷凝管;  
 (19) 球形冷凝管;(20) 蛇形冷凝管;(21) 分馏柱;(22) 刺形分馏头;(23) Soxhlet 提取器

(9) 使用温度计时,应注意不要用冷水冲洗热的温度计,以免炸裂,尤其是水银球部位,应冷却至室温后再冲洗。不能用温度计搅拌液体或固体物质,以免损坏后,因为有汞或其他有机液体而不好处理。

### 1.3.3 常用金属用具

有机实验常用的金属用具具有铁架、铁夹、铁圈、三脚架、水浴锅、镊子、剪子、三角锉刀、圆锉刀、压塞机、打孔器、水蒸气发生器、热水漏斗、喷灯、不锈钢刮刀、升降台等,如图 1-3 所示。

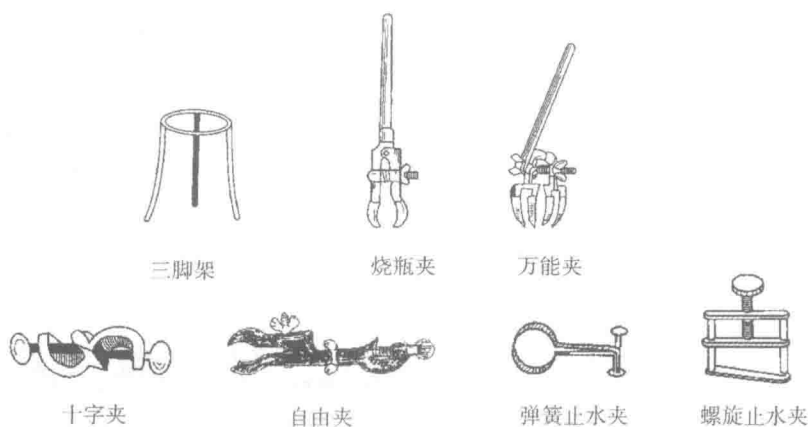


图 1-3 一些常用金属用具

### 1.3.4 仪器的选择、装配与拆卸

有机化学实验的各种反应装置都是由单件玻璃仪器组装而成的,实验中应根据实验要求选择合适的仪器。一般选择仪器的原则如下:

(1) 烧瓶的选择 根据液体的体积而定,一般液体的体积应占容器体积的  $1/3 \sim 1/2$ ,也就是说烧瓶容积的大小应是液体体积的 1.5 倍。进行水蒸气蒸馏和减压蒸馏时,液体体积不应超过烧瓶容积的  $1/3$ 。

(2) 冷凝管的选择 一般情况下回流用球形冷凝管,蒸馏用直形冷凝管。但是当蒸馏温度超过  $140\text{ }^{\circ}\text{C}$  时应改用空气冷凝管,以防温差较大时,由于仪器受热不均匀而造成冷凝管断裂。

(3) 温度计的选择 实验室一般备有  $100 \sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$  多种温度计,根据所测温度可选用不同的温度计。一般选用的温度计量程至少要高于被测温度  $10 \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

有机化学实验中仪器装配得正确与否,对于实验的成败有很大关系。

第一,在装配一套装置时,所选用的玻璃仪器和配件都要求是干净的,否则会影响产物的产量和质量。

第二,所选用的器材要恰当。例如,在需要加热的实验中,如需选用圆底烧瓶时,应选用质量好的,其容积大小应为所盛反应物占其容积的  $1/2$  左右为好,最多也不应超过  $2/3$ 。

第三,安装仪器时,应选好主要仪器的位置,要先下后上,先左后右,逐个将仪器边固定

边组装。拆卸的顺序则与组装相反。拆卸前,应先停止加热,移走加热源,待稍微冷却后,先取下产物,然后再逐个拆掉。拆冷凝管时注意不要将水洒到电热套上。

总之,仪器装配要求做到严密、正确、整齐和稳妥。在常压下进行反应的装置,应与大气相通密闭。铁夹的双钳内侧贴有橡皮或绒布,或缠上石棉绳、布条等,否则容易将仪器损坏。

使用玻璃仪器时,最基本的原则是切忌对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或扭曲,实验装置的马虎安装不仅看上去使人感觉不舒服,而且也具有潜在的危险性。因为扭曲的玻璃仪器在加热时会破裂,有时甚至在放置时也会崩裂。

## 1.4 玻璃仪器的洗涤和干燥

### 1.4.1 玻璃仪器的洗涤

有机化学实验必须使用清洁的玻璃仪器。

实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤,这应该养成习惯。由于污垢的性质在当时是清楚的,用适当的方法进行洗涤是容易办到的。若日子久了,会增加洗涤的困难。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉或去污粉刷洗。刷子是特制的,如瓶刷、烧杯刷、冷凝管刷等,但用腐蚀性洗液时则不用刷子。洗涤玻璃器皿时不应该用砂子,它会擦伤玻璃乃至龟裂。若玻璃器皿难于洗净,则可根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗涤。如果是酸性(或碱性)的污垢用碱性(或酸性)洗液洗涤;有机污垢用碱液或有机溶剂洗涤。下面介绍几种常用洗液:

(1) 铬酸洗液 这种洗液氧化性很强,对有机污垢破坏力很强。倾去器皿内的水,慢慢倒入洗液,转动器皿,使洗液充分浸润不干净的器壁,数分钟后把洗液倒回洗液瓶中,用自来水冲洗。若壁上粘有少量炭化残渣,可加入少量洗液,浸泡一段时间后在小火上加热,直至冒出气泡,炭化残渣可被除去。若洗液颜色变绿,则表示洗液已失效,应该弃去而不能倒回洗液瓶中。

(2) 盐酸 用浓盐酸可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸钙等残渣。

(3) 碱液和合成洗涤剂 配成浓溶液即可,用以洗涤油脂和一些有机物(如有机酸)。

(4) 有机溶剂洗涤液 当胶状或焦油状的有机污垢采用上述方法不能洗去时,可选用丙酮、乙醚、苯浸泡,要加盖以免溶剂挥发,或用 NaOH 的乙醇溶液亦可。用有机溶剂作洗涤剂,使用后可回收重复使用。

若清洗用于精制或有机分析用的器皿,除采用上述方法处理外,还必须用蒸馏水冲洗。

观察玻璃器皿是否清洁的标志是:加水倒置,水顺着器壁流下,内壁被水均匀润湿并有一层既薄又均的水膜,不挂水珠。

### 1.4.2 玻璃仪器的干燥

有机化学实验经常要求使用干燥的玻璃仪器,故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之干燥的习惯,以便下次实验时使用。干燥玻璃仪器的方法有以下几种:

(1) 自然风干 自然风干是指把已洗净的仪器放在干燥架上自然风干,这是常用和简单的方法。但必须注意,若玻璃仪器洗得不够干净时,水珠便不易流下,干燥就会较为缓慢。

(2) 烘干 把玻璃器皿按顺序从上层往下层放入烘箱烘干,放入烘箱中干燥的玻璃仪器,一般要求不带水珠。器皿口向上,带有磨砂口玻璃塞的仪器,必须取出活塞后(注意活塞不要搞乱),才能烘干。烘箱内的温度保持在  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右,时间约  $0.5\text{ h}$ ,通常需要待烘箱内的温度降至室温时才能取出。切不可把很热的玻璃仪器取出,以免破裂。空气中的潮气也可能在热的玻璃表面凝结,降低烘干效果。

当烘箱已工作时,不能往上层放入湿的器皿,以免冷的水滴下落,使热的器皿骤冷而破裂。

(3) 吹干 有时仪器洗涤后需立即使用,可将其吹干,即用气流干燥器或电吹风把仪器吹干。首先将水尽量沥干后,加入少量丙酮或乙醇摇洗并倾出,先通入冷风吹  $1\sim 2\text{ min}$ ,待大部分溶剂挥发后,吹入热风至完全干燥为止,最后吹入冷风使仪器逐渐冷却。

## 1.5 玻璃仪器的保养

有机化学实验常用各种玻璃仪器的性能是不同的,必须掌握它们的性能,注意进行妥善的保养,才能保证这些仪器的正常使用。

(1) 温度计 温度计水银球部位的玻璃很薄,容易破损,使用时要特别小心。一不能用温度计当搅拌棒使用;二不能测定超过温度计的最高刻度的温度;三不能把温度计长时间放在高温的溶剂中,否则会使水银球变形,读数不准。

温度计用后要让它慢慢冷却,特别在测量高温之后,切不可立即用水冲洗,否则温度计会破裂,或水银柱断裂。通常是将温度计悬挂在铁架台上,待冷却后把它洗净抹干,放回温度计盒内,盒底要垫上一小块棉花。如果是纸盒,放回温度计时要检查盒底是否完好。

(2) 冷凝管 冷凝管通水后很重,所以安装冷凝管时应将夹子夹在冷凝管的重心上,以免翻倒。洗刷冷凝管时要用特制的长毛刷。当用洗涤剂或有机溶液洗涤时,应用软木塞塞住一端。冷凝管不用时,应直立放置,使之易干。

(3) 分液漏斗 分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂口的,若非原配的,则可能不严密,所以,使用时要注意保护它。各个分液漏斗之间也不要相互调换,特别是在烘箱烘干时,不要把塞子搞错。分液漏斗使用后一定要在活塞和盖子的磨砂口间垫上纸片,以免日久后难以打开。

(4) 砂芯漏斗 砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗,否则难以洗净。滤板不太稠密的漏斗可用强烈的水流冲洗;如果是较稠密的,则用抽滤的方法冲洗。必要时用有机溶剂洗涤。

(5) 标准磨口仪器 磨口仪器使用或保存不当,会使磨口连接部位或磨口塞黏结在一起,因此,在使用标准磨口仪器组装的反应装置进行试验后,应及时拆卸仪器进行清洗,防止长时间放置,使磨口接头部位发生黏结。

当磨口部件发生黏结而不能拆开时,可尝试用下面的方法解决问题:

①用小木棒轻轻敲打磨口连接部位使之松动。

②用小火均匀地烘烤磨口部位,使磨口连接处的外部受热膨胀而松动。用高热电风吹磨口连接处也能起到同样效果。

③将黏结在一起的仪器放入热水中煮沸,也可能使磨口连接部位松动,但此法不适用于