

第 1 章 有机化学实验基本知识

有机化学是以实验为基础的学科，重视和学好这门课程，对于培养人才起着十分重要的作用，为了保证实验安全顺利进行，培养学生良好实验习惯和严谨的科学态度，在学生进入实验室之前，一定要认真学习和掌握好有机化学实验的基本知识。

1.1 有机化学实验室规则

实验之前应认真预习有关实验内容，明确实验意义和所需解决问题，安排好实验计划，写好预习报告。

熟悉实验室的安全常识及设备的使用方法；爱护公物。

必须严格遵守实验室纪律和各项规章制度，不准迟到，更不准擅自离岗。

严格按照操作规程进行实验，胆大心细，听从实验教师和工作人员的指导，发生意外事故，要镇定自若，不要惊慌失措，及时采取应急措施，并立即报告指导教师。

实验中应仔细观察，科学地、如实地做好实验记录，实验结束后记录本须经教师审阅后方可离开实验室。

⑥ 始终保持实验室的整洁和安静，做到桌面、地面、水槽、仪器“四净”，不得随意乱丢纸屑、药品、火柴棍和沸石等废弃物。

⑦ 轮流值日，值日生负责打扫和整理实验室，清倒废物缸，关好水、电、煤气和门窗，经教师检查后方可离去。

1.2 化学试剂纯度分级

1.2.1 化学试剂等级标准

不同等级的同一试剂，其质量是不同的，即便是同一等级的同一试剂，由于生产的国家、厂家、组织等不同，试剂的质量也不同。为了便于交流，必须建立统一的标准。国际标准化组织（简称 ISO）第 47 技术委员会于 1968 年在柏林召开的第八次代表大会，决定建立 16 个“化学分析试剂”小组，委托他们制定化学试剂标准和检验方法标准。但至今未拿出一个正式的，各国都承认的标准。故现在仍是每个国家各行其是，自搞一套。

美国 现行有四种标准：

约·罗逊的“化学试剂及其标准”（Chemical reagent and standard）

美国化学会标准（C.A.S. Analytical Reagents）

美国药物标准

厂订标准

德国默克标准，以默克公司出版的《化学试剂纯度分析》为标准

英国 BDH（British Drug House）公司，霍普金和威廉公司实行“阿纳拉实验室用化学药品标准”（Analar standards for Laboratory chemicals）

中国

“化学试剂国家标准”（GB）

原化工部“部颁化学试剂标准”(HG)

原化工部“部颁化学试剂暂行标准”(HGB)

1.2.2 中国化学试剂的等级标准

中国化学试剂的等级标准有 7 种,即高纯、光谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯和化学纯。而国家和主管部门颁布具体指标的要求只有后 3 种。

优级纯,即一级品,适用于精密分析和科学研究工作。

分析纯,即二级品。纯度较一级略低,适用于重要分析工作。

化学纯,即三级品。纯度与二级品相差较大,适用于工矿、学校的一般分析工作。

因为不同等级的试剂其标签的颜色不同,参见表 1-1(中国化学试剂等级标志),因此,只要看好标签的颜色就可以判断试剂的级别。

表 1-1 中国化学试剂等级标志

级 别	一级品	二级品	三级品	四级品(实验试剂)	生物试剂
中文标志	GR	AR	CP	LR	BR 或 CR
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色或其他颜色	黄色或其他色

在文献资料和进口的化学试剂方面,有的等级与中国现行等级不太一致,为了使用方便,今把国内外化学试剂的分级标准作一对照。参照表 1-2(国内外化学试剂的几种分级对照)

表 1-2 国内外化学试剂的几种分级对照

国 别	1	2	3	4	5
中国	一级品 保证试剂 优级纯(AR)	二级品 分析试剂 分析纯(AR)	三级品 化学纯(CP)	实验试剂	生物试剂(BR)或(CR)
欧美日等国	GR	AR	CP		
俄罗斯等国	化学纯(XЧ)	分析纯(ЧИА)	纯(Ч)		
意大利	分析试剂(R.P.) 特殊试剂(R.S.)	LAB	纯(R)		

1.3 安全基本知识

有机化学实验中所用药品种类繁多,且多具有易燃、易爆、有毒和强腐蚀性,若使用不当,就可能“引发”着火、爆炸、中毒、烧伤等事故。同时,实验中使用的玻璃仪器、煤气、电器等,因本身性质也增加了实验中一些潜在的危险性。但是,如果实验者懂得实验基本常识,掌握正确的操作方法,就能有效的维护人身和实验室的安全,避免事故的发生,确保实验顺利进行。

1.3.1 火灾、爆炸的预防及处理

预防火灾、爆炸的发生需注意以下几点。

防火基本原则:使火源尽可能远离易燃品。

明确防火基本原则后,就应避免着火事故的发生。例如,盛有易燃溶剂的容器不靠近火源,应妥善保管;切勿用广口容器盛装和加热;尽量避免使用明火加热;数量较多的易燃品宜放在危险药品柜内;回流、蒸馏液体时,应加沸石防止暴沸,不可向热溶剂中加沸石,同时,切忌使装置形成密封体系,一定要与大气相通。

实验开始前应该检查仪器是否完好无损,装置是否“稳、妥、端、正”。注意检查装置的接口处是否漏气。

减压蒸馏时，应使用耐压容器如圆底烧瓶或抽滤瓶作接受器，不可使用锥形瓶。高压操作应经常注意釜内压力有无超过安全负荷。

使用易燃、易爆气体（如乙炔和氢气）时，应保持室内空气通畅，严禁明火操作。

⑥ 其他类型的化合物，如过氧化物，叠氮化合物，多硝基化合物，干燥的重氮盐等具有爆炸性，使用时需要严格遵守操作规程。有些化合物，如醚类，久置后会生成过氧化物，需经特殊处理后方能使用。在蒸馏过程中切忌蒸干。金属钠、氢化铝锂在使用时切勿遇水，否则会发生燃烧，甚至爆炸。

⑦ 要经常检查煤气开关，煤气橡皮管及煤气灯是否完好。

一旦发生火灾，应保持沉着、冷静、不要惊慌失措。应先关闭火源，拉下电闸，并迅速移去着火现场的易燃物。

有机物着火，通常不能用水扑灭，否则会使火焰蔓延，无异于“火上浇油”。而常采用使易燃物隔绝空气的办法，小火可使用湿布或棉布盖灭，决不能用口吹，若火势较大应根据具体情况采用相应的灭火器材。但无论使用哪一种灭火器材，都应从火的四周开始向中心喷射，把灭火器对准火焰的底部。若衣服着火，切勿乱跑。小火可小心将衣服脱下将火熄灭，或用石棉布覆盖着火处。较严重时，应躺在地上打滚或用防火毯紧紧裹住使火闷熄。一定要注意避免让火烧向头部。烧伤严重时立即送医院治疗。

1.3.2 中毒事故的预防及处理

有机溶剂除易燃、易爆外，其另一特性就是毒性。例如，许多含氯有机物累积于人体内使肝脏变质，引起肝硬化。经常接触苯或芳烃可能会造成白血病，乙醚是良好的麻醉剂，吡啶能使人暂时乏力。曾有人说过：“有机溶剂的危险性与硫酸之类的腐蚀性不相上下，但有机溶剂以别的更为隐蔽的方式显示其危险性。”在明确某些有机物的毒性后，就应该学会预防。可以肯定地说：“在正规、小心的操作下，有机溶剂不会造成任何健康问题”。

中毒的预防应注意以下几点。

有毒的药品应认真操作，妥善保管，不许乱放，并有专人负责收发。实验完毕后的有毒残渣应妥善处理，不得乱丢！

挥发性有毒药品，使用时一定要在通风橱内进行。取完药品后应该随时盖上瓶盖。

应最大限度的减少与有毒药品的接触，尤其是直接接触，使用时应带橡皮手套。切勿让毒品接触伤口。坚决杜绝在实验室内吃东西。

实验时如有头晕、恶心等中毒症状，应立即到空气新鲜的地方休息，严重者到医院治疗。万一发生中毒事故，宜具体问题具体分析。

1) 皮肤接触：宜用酒精擦洗，然后用肥皂和大量水洗。

2) 吞下强酸：先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶。

3) 吞下强碱：先饮大量水，然后服用醋酸果汁、鸡蛋白、牛奶。

不论酸、碱中毒，都不要吃呕吐剂。

4) 气体中毒：将患者移出室外，解开衣领及钮扣。若吸入少量氯、溴、氯化氢等气体者，可用碳酸氢钠漱口。

1.3.3 其他事故的预防及处理

割伤是实验室中经常发生的事故。常在拉制玻璃管或安装仪器时发生。当割伤时，先将伤口处玻璃屑取出，用水洗净伤口，涂以碘酒或红汞药水，用纱布包扎，严重者送医院治疗。

强酸、强碱等腐蚀性化学品触及皮肤时可引起皮肤烧伤，因此在使用时宜多加小心。

万一被酸、碱或溴烧伤，应立即用大量水洗，然后在根据不同情况分别处理：

浓酸烧伤：用 3% ~ 5% 碳酸氢钠溶液洗涤，涂烫伤药膏。

浓碱烧伤：用 1% ~ 2% 硼酸或醋酸溶液洗涤，最后再用水洗。

溴烧伤：用酒精擦至无溴液，然后涂上甘油或烫伤油膏。

使用电器时，应先检查实验装置或设备的金属外壳是否接好地线，插头接线是否完好，电线是否磨损。使用时先插上插头，接通电源，再开启仪器开关。实验过程中应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿物接触带电体。实验完毕后，先切断电源，再拔下插头。万一触电，应立即拉下电闸，切断电源，或用不导电物使触电者与电源隔离，然后对触电者进行人工呼吸并急送医疗单位抢救。

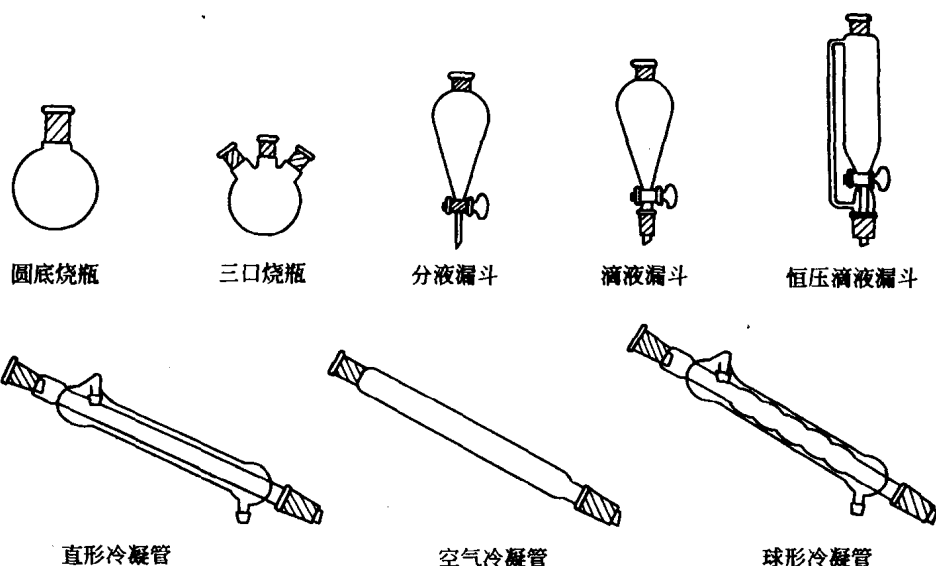
1.4 化学实验安全歌

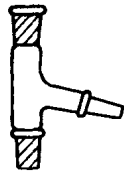
水火无情，人命关天，安全第一，廖记心田。明火加热，通风在先。高压气瓶，放稳放远。一防水患，二防火险，三防爆炸，四防触电。氢气钢瓶，操作要严。家用冰箱，不适实验。实验之前，准备在先，防护用品，一应俱全。箱内容器，一定要严，要放平稳，务贴标签。实验之中，不得擅自，及时观察，预防突变。剧毒试剂，专人领取，金属钾钠，存放专点。短暂离开，同伴照看，尤应注意，停水停电。各种溶剂，勿存太多，存于阴处，入夏犹然。加热过夜，最是危险，却需如此，要五保险；残渣废液，不可入池，分门别类，各归其天。调压变压；使用继电；硅油热包，用作热源；实验室内，保持整洁，不能用膳，不准抽烟。不开冷水，不准回流；温度恒定，方可安眠。最后离室，是个关键，水电气窗，闸销复原。用水注意，水管紧连，水量勿猛，下班拔管。灭火用具，经常检查，急救药品，常备手边。使用电器，先查电线，防止短路，防止漏电。遇有险情，先断电源，报警号码，随处可见。慎用煤气，小心引燃，远离溶剂，远离实验。此歌唱完，认真实践，胆大心细，永保安全。

摘自《大学化学》，1992，7（5）：51

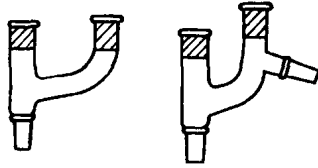
1.5 常用玻璃仪器和应用范围

1.5.1 玻璃仪器

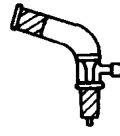




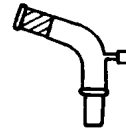
蒸馏头



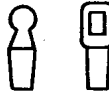
克氏蒸馏头



真空接引管



接引管



磨口塞



导气接头



大小头



小大头



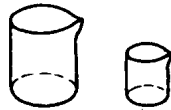
温度计套管



弯头



干燥管



烧杯



锥形瓶



抽滤瓶



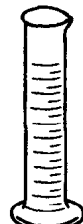
长颈玻璃漏斗



短颈玻璃漏斗



布氏漏斗



量筒



刺形分馏柱

1.5.2 常用玻璃仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备注
圆底烧瓶	用于反应, 回流、加热和蒸馏	
三口烧瓶	用于反应 三口可分别安装温度计、机械搅拌	
球形冷凝管	用于回流	
直形冷凝管	蒸馏或回流	140℃ 以下
空气冷凝管	蒸馏或回流	150 以上
弯头	用于常压蒸馏, 替代蒸馏头	
蒸馏头	用于蒸馏	
克氏蒸馏头	用于减压蒸馏	
尾接管(接引管)	用于蒸馏	
真空接引管	用于减压蒸馏	
刺形分馏柱	用于分馏	
温度计套管	由于套接温度计蒸馏	
梨形分液漏斗	用于分离、萃取、洗涤	
恒压分液漏斗	用于体系内有压力、可顺利加料	
大小头(小大头)	用于连接不同型号磨口仪器	
空心玻塞(磨口塞)	用于磨口瓶的塞子	
布氏漏斗	用于减压抽滤	磁质

仪器名称	应用范围	备注
抽滤瓶	用于减压抽滤	不能直接用火加热
干燥管	装干燥剂用	
短颈玻璃漏斗	用于热过滤	
长颈玻璃漏斗	用于普通过滤或热滤	
锥形瓶	用于储存液体，混合溶液及小量液体的加热	不能用于减压蒸馏

1.5.3 标准磨口玻璃仪器

标准磨口仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器，由于口塞尺寸具有标准化、系列化和通用化的特点，所以使用起来尤为方便。

标准磨口玻璃仪器，均按国际通用技术标准制造，使用亦十分普遍。为了使用不同容量的玻璃仪器，特有不同型号的标准磨口。常用的标准磨口规格为 10、14、19、24、29、34、50 等多种。这里的数字指磨口最大端直径的毫米数，表明规格。有的标准磨口玻璃仪器用两个数字表示，如 10/30，10 表示磨口大端的直径为 10mm，30 表示磨口的高度为 30mm。相同数字的内外磨口可以互相套用。若两磨口编号不同，可借助大小头使其紧密相连。

使用磨口仪器可免去选塞、打孔等手续，又可避免因软木塞、橡皮塞不洁带来的污染。但使用时，需注意以下事项。

磨口表面必须清洁，否则，磨口对接不紧，导致漏气，同时，损坏磨口。

使用磨口时一般不需涂润滑剂以免玷污产物。若反应中使用强碱，则需涂润滑剂以防粘结。减压蒸馏时，由于其所需真空度较大，宜在磨口处涂少许真空脂。

装配时，宜注意“稳、妥、端、正”四字，使磨口连接处不受歪斜的压力，否则，常易将仪器折断。

实验完毕，立即将仪器拆、洗干净。否则对接处常会粘牢，以致拆、卸困难。

1.6 常用有机实验典型装置

进行有机化学实验，首先应学会装配仪器。有机实验装置应根据不同的要求，利用磨口仪器或普通仪器进行组装，装配原则：先下后上，从左到右。

下面是一些典型的有机化学实验装置图。

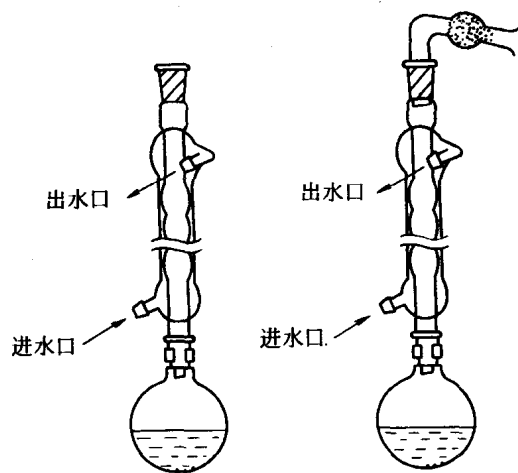


图 1-1 回流装置

1.6.1 回流装置

有机反应的加热沸腾，重结晶样品溶解，都需要采用回流装置，以防蒸气逸出。以下是几种常见回流装置。如图 1-1。

1.6.2 气体吸收装置

主要用于吸收反应过程中产生的有刺激性和水溶性气体。气体吸收装置常采用下列方法之一。如图 1-2。

1.6.3 搅拌装置

主要用于非均相体系或反应物之一需要逐滴加入——使反应迅速混合，避免因局部过浓过热而产生副反应。常见的搅拌装置如图 1-3。

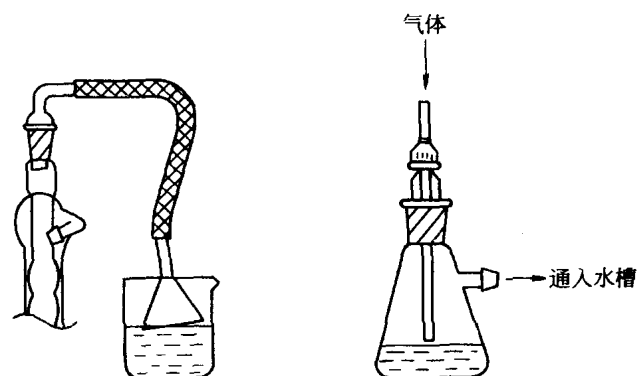


图 1-2 气体吸收装置

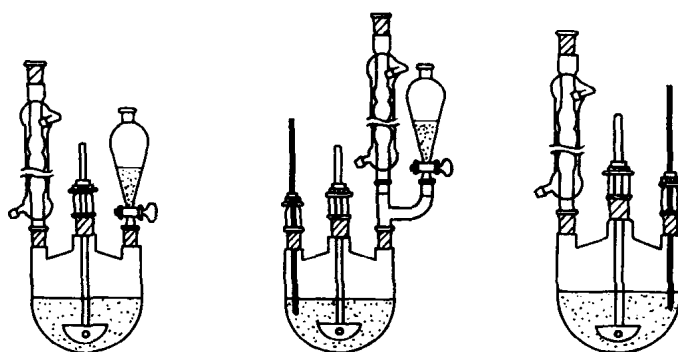


图 1-3 搅拌装置

1.6.4 无水无氧操作简单装置

对空气水气等敏感的化学物质，不但种类很多且具有反应活性，因而往往采用无水无氧操作技术，以便能顺利地得到不易制备或分离的产物。下面是几种常见的无水无氧简单操作装置，如图 1-4。

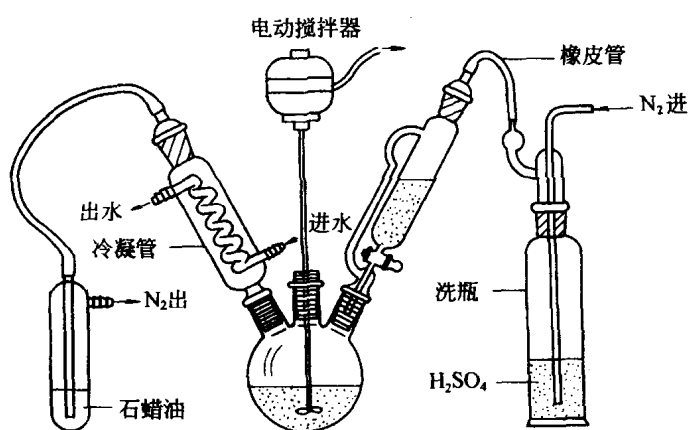


图 1-4(a) 无水无氧机械搅拌装置

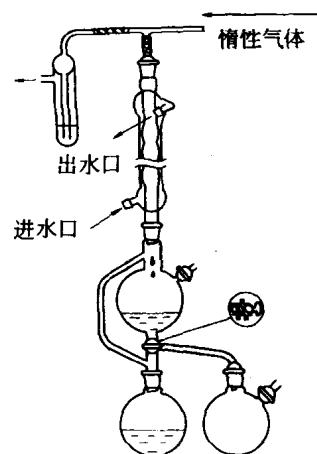


图 1-4(b) 无水无氧溶剂处理装置

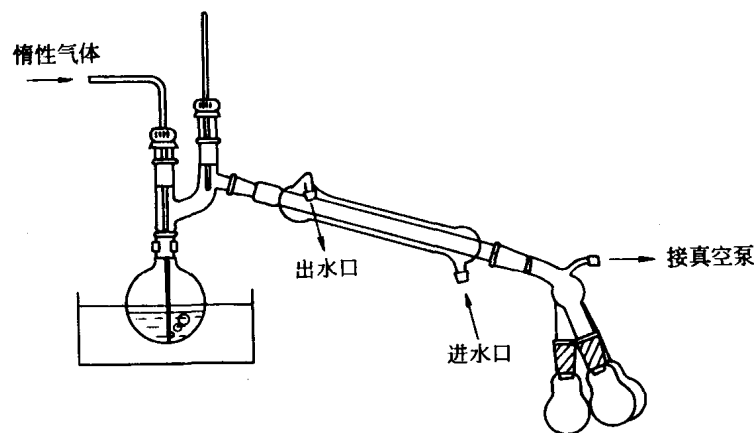


图 1-4(c) 无水无氧减压蒸馏装置

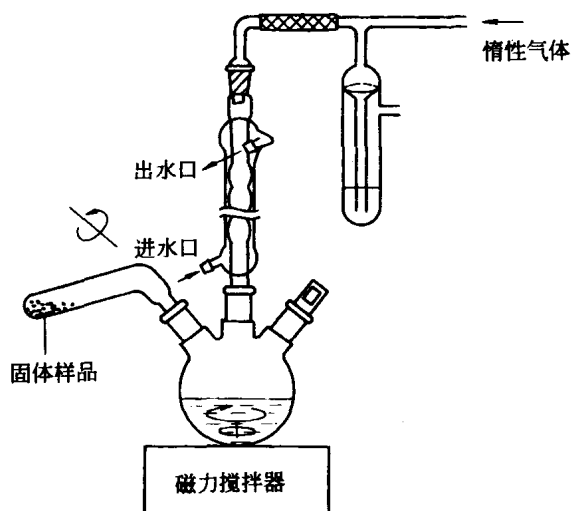


图 1-4(d) 无水无氧磁力搅拌装置

1.6.5 低沸点蒸馏装置

如图 1-5。

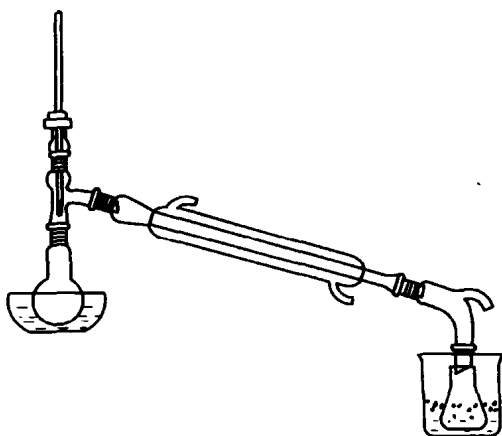


图 1-5 低沸点液体蒸馏装置

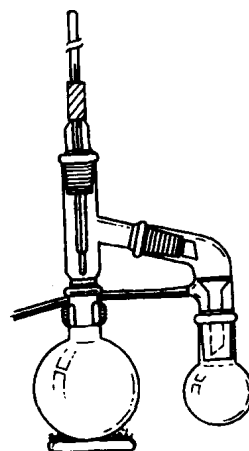


图 1-6 低熔点固体蒸馏装置

1.6.6 低熔点固体蒸馏装置

如图 1-6。

1.7 常用仪器的清洗干燥和保养

1.7.1 仪器的洗涤

清洁的实验仪器是实验成功的重要条件，也是化学工作者应有的良好习惯，清洗的目的是为了避免杂质进入反应体系，确保实验顺利进行。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗。刷子是特制的，如试管刷、烧杯刷、冷凝管刷等。若用上述物质难以洗净时，则可根据污垢的性质采用适当的洗液或其他方法进行洗涤。

(1) 铬酸洗液

这种洗液氧化能力很强，对有机污垢破坏力很大，可洗去炭化残渣等有机污垢。铬酸洗液的配制方法：在一个 250mL 烧杯中，把 5g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 5mL 水中，然后搅拌慢慢加入浓硫酸 100mL，混合液温度逐渐升高到 70~80℃，待混合液冷却至约 40℃ 时，倒入干燥的磨口严密的细口试剂瓶中保存。铬酸本身呈红棕色，若经长期使用，洗液变成绿色时，表示已失效。

(2) 盐酸

可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

(3) 碱液和合成洗涤剂

配成浓溶液即可。用以清洗油脂和一些有机物（如有机酸）。

(4) 有机溶剂洗涤液

工业碱的工业酒精溶液常常是洗涤有机污垢的良好洗涤液。由于有机溶剂价值较高，同时存在一定的危险性，只在特殊条件下可使用。

(5) 超声波

有机实验中常用超声波清洗器来洗涤玻璃仪器，其优点是省时又方便。只要把用过的仪器放在配有洗涤剂的溶液中，接通电源，利用声波的振动和能量，即可达到清洗仪器的目的。

上述方法清洗过的仪器，再用自来水冲洗干净即可。

器皿是否清洁的标志是：加水倒置，水顺着壁流下，内壁被水均匀润湿有一层既薄又均匀的水膜，不挂水珠。

1.7.2 玻璃仪器的干燥

进行实验时，不仅需要清洁的仪器，同时，还需将仪器进行干燥。因此，洗涤和干燥玻璃仪器是进行实验的一个良好习惯。干燥玻璃仪器的方法有以下几种。

(1) 自然风干

将洗净仪器倒置或放在干燥架上自然风干。

(2) 烘干

把玻璃仪器从上层至下层放入烘箱，器皿口朝上，烘箱内温度保持 100~110℃，约半小时待烘箱内温度降至室温时取出即可。也可放在气流烘干器上进行干燥。

(3) 吹干

有时仪器洗涤后需立即使用，为了节省时间，可用少量低沸点水溶性有机溶剂淋洗后用

电吹风吹冷风，待稍干后再吹热风使干燥完全（直接吹热风有时会使有机蒸气爆炸），然后再吹冷风使仪器冷却。

1.7.3 常用玻璃仪器的保养

有机实验中，常用的玻璃仪器分为两类，一类为普通玻璃仪器，另一类为标准磨口玻璃仪器。由于多数学校已使用标准磨口仪器，所以这里我们主要以此作介绍。

玻璃仪器，尤其是磨口玻璃仪器，虽然使用方便，但其价格较贵，因此，实验者应小心对待，应该明确，万有引力对它们每时每刻均在起作用，所以要轻拿轻放，拿稳、放稳，否则会造成不必要的损失。

正是由于玻璃仪器易碎，因此掌握其性能、保养等方法是很有必要的。

(1) 温度计

温度计水银球部分玻璃较薄 容易打碎 因此 使用时应十分小心。应注意“四不”原则。

不能用温度计作搅拌棒。

不能测量超过其范围的温度。

不能长时间放在高温溶剂中。

不能在高温溶剂中久置后立即用冷水冲洗。

(2) 冷凝管

冷凝管通水很重，所以宜将夹子夹在冷凝管重心处，以免翻倒。通水时，切忌水开的太大、太猛。140 以上不宜使用直形冷凝管，而宜用空气冷凝管。

(3) 分液漏斗

分液漏斗的活塞和盖子是磨口的，且为原配，不得随意互换。需要强调的是，分液漏斗用完后，一定要在活塞和盖子的磨口间垫上纸片，否则，难以打开。

(4) 锥形瓶和平底烧瓶

锥形瓶和平底烧瓶不耐压，坚决杜绝用于减压操作中。厚壁容器不耐热，千万不要用明火加热。

1.7.4 仪器的装配

仪器安装的正确与否，对于实验的成败关系很大。

安装时，首先选好主要的仪器，按照“先后上后，从左到右”的原则，拆卸时方向相反。

仪器的装配宜做到“稳、妥、端、正”。

稳——稳固牢靠；妥——妥善安装，消除一切不安全因素；端——准确端正，横平竖直；正——正确使用和选择仪器。

装配仪器最基本原则切忌对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

1.8 加热和冷却

1.8.1 加热

为了提高化学反应速度，通常需要对反应体系进行加热。在有机化学实验中，许多基本操作如回流、蒸馏等都要用到加热。

有机化学实验室中常用的热浴有煤气灯、酒精灯、电热套、封闭电炉等。一般来说，玻璃仪器不能用火焰直接加热，因为强烈的温度变化和受热不均匀都会造成玻璃仪器的损坏，同时，由于局部温度过高，还可能引起有机化合物的分解。为了避免直接加热可能带来的弊

端，实验室中常常根据具体情况，选择不同的热源和加热方法。

(1) 煤气灯

煤气灯是实验室中最常用的加热工具之一，多用于加热水溶液和高沸点溶液。当利用煤气灯加热烧瓶等玻璃仪器时，必须垫有石棉网。使用时，煤气灯的火焰温度可随着调节空气量的增减而不同。

在此需要指出，反应体系中有低沸点易燃溶剂时不能使用煤气灯，一定要用水浴加热。

(2) 电热套

有机实验常使用电热套加热，它是一种特殊设计的加热器，由石棉玻璃纤维织成，其中镶入镍铬丝。具有不易引起火灾且受热较为均匀等特点，热效率高，加热温度可由控温装置调节或用调压变压器控制，使用方便。

(3) 水浴加热和油浴加热

为了消除直接明火加热和保证加热均匀，在实验室中还常使用各种加热浴。热浴是间接加热，作为传热介质的可以是水、油、有机液体、熔融的盐、砂和金属等，可根据加热温度、升温速度等加以选择。常用热载体及温度范围见表 1-3。

表 1-3 常用加热浴

热浴类别	热浴媒介	容器	温度范围	注意事项
水浴	水	铜锅或铝锅	约 90℃	若在水中加入各种无机盐使之饱和，则沸点可以提高，NaCl(109℃)KNO ₃ , CaCl ₂ (186℃)
水蒸气浴	水		约 95℃	
空气浴	空气		>80℃	
油浴	各种植物油	铜锅或铝锅	100~250℃	加热到 250℃ 以上时，冒烟及着火，常加入 1% 对苯二酚作抗氧化剂
酸浴	浓硫酸		250~270℃	加热至约 300℃ 会分解，冒白烟
盐浴	例如硝酸钾和硝酸钠等量混合物	铁锅	220~680℃	浴中切勿溅水，将盐保存在干燥器中
金属浴	各种低熔点金属、合金等	铁锅等	使用金属不同，温度各异	加热至 350℃ 以上时金属渐渐氧化
硅油浴	有机硅油	铁锅或铜锅	250℃	性能稳定，价格较贵
甘油浴	甘油	铁锅或铜锅	140~150℃	温度高，甘油分解

1.8.2 冷却

在有机实验中，有时由于产物或中间体不够稳定，必须在低温下进行，如重氮化反应；有的放热反应，常产生大量的热，使反应难以控制，并引起易挥发化合物的损失，或导致有机物的分解或增加副产物。因此，制冷技术对实验的成败有着重要的作用。冷却的方法很多，实验者可根据冷却温度和带走热量来决定，见表 1-4。

表 1-4 常用冷却剂的组成及冷却温度范围

冷却剂	温度/℃	冷却剂	温度/℃
水	室温	干冰	-60
冰-水(碎冰)	0~5	干冰+乙醇	-72
NaCl+碎冰(1:3)	-5~-20	干冰+丙酮	-78
CaCl ₂ ·6H ₂ O+碎冰(5:4)	-40~-50	干冰+乙醚	-100
NH ₄ Cl+碎冰(3:10)	约-15	液氮+乙醚	-116
NaNO ₃ +碎冰(3:5)	约-13~-20	液氮	-196
液氮	-33		

1.8.3 注意事项

在使用低温制冷剂时，杜绝用手直接接触，以防冻伤。

② 为了保持制冷剂的冷却效果，通常把干冰及其混合物等放在保温瓶或其他绝热效果好的容器中，上口用棉布或铝箔覆盖，以降低其挥发速度。

在测量 -38 以下的低温时，不能使用水银温度计（水银的凝固点为 -38.87°C ），应使用低温温度计（如内装：甲苯， -90°C ；正戊烷， -130°C ）。

1.9 实验预习记录和实验报告的基本要求

1.9.1 实验预习

进入有机化学实验室，最重要的也是最基本的要求就是保证实验能够安全顺利的进行。为了确保实验能够达到预期的效果，实验预习的认真与否常常是实验能否成功的关键因素之一。因此，要求学生必须仔细认真的写好预习报告，做到心中有数。无预习报告者不能进行实验。

预习报告的大致内容，包括以下几项。

明确实验目的和要求。

了解实验原理，主反应和副反应方程式。

弄清反应机理，以了解反应过程的来龙去脉。

查阅主要试剂和产物物理常数。

领会实验内容，写出简单实验的步骤并准确画出反应装置图。

⑥ 列出粗产物纯化过程。

⑦ 了解反应的注意事项。

总之，实验预习并不是简单的抄写工作，而应该勤于动脑，自行消化实验内容，方能做到事半功倍。

1.9.2 实验记录

实验记录是研究实验内容和书写实验报告的重要依据，应本着科学的、认真的态度如实记录，养成良好的实验记录习惯。实验记录大致包括时间、用量、温度、现象、物态等等。对于预期相反的现象尤为注意，将所观察的这些现象应该如实的记录在笔记本上，因为它对正确解释实验结果会有很大的帮助。

注意千万不要抢时间，赶任务，否则易出事故。坚决杜绝相互攀比、相互对照，一旦现象与他人不一致，就倒掉重做的事情发生。坚决杜绝使用活页纸和散纸作记录，应拿一实验本进行记录。坚决杜绝涂改实验数据，违背科学、求实的作风和原则，这种性质是极其恶劣的，特别应该引起教师和学生的注意。

1.9.3 实验报告

实验报告是对实验过程的详细总结，它应包括实践过程和理论分析两部分内容，是使感性认识上升到理性认识的重要手段。实验报告的格式也应不拘一格，应按照教师的要求书写。若所做的乃是一种独创性的工作，报告中应把做过的所有实验详细步骤描写进去，可参考美国化学会志（*Journal of American Chemical Society*），《高等学校化学学报》和《有机化学》等杂志。实验报告包括：实验目的、原理、主要试剂用量及规格、主要试剂及产物的物理常数、反应机理、实验装置、实验步骤和现象，产物的物理状态、产量和产率、粗产物纯化原理图以及结果与讨论。

需要指出：实验报告的结果与讨论部分非常重要，应该根据所观察到的现象与结果，从中分析自己在实验过程中的成功和不足，并对实验提出改进意见，这对于提高分析问题、解决问题的能力将大有裨益。

1.10 常用工具书和参考书

在进行实验之前，弄清反应物和产物的性状和物理常数，对于解释实验现象、预测实验结果、提高反应收率、选择正确装置、保证实验正常进行都有重要意义，因此，我们应该善于查阅手册、辞典、参考书和有关的化学文献。

1.10.1 常用工具书

1. 《化工辞典》（第二版），王箴主编，化学工业出版社，1979，12

本书为一综合性化工方面的工具书，收集了有关化学和化工名词 10500 余条，列出了物质分子式、结构式、基本物理化学性质及相对密度、熔点、沸点、溶解度等有关数据，并有简要的制法和说明，书前有笔画顺序目录表，书末有汉语拼音检索。

2. Aldrich，美国 Aldrich 化学试剂公司出版

这是一本化学试剂目录，收集了 18000 多个化合物。每个化合物为一条目录，内有相对分子质量、分子式、沸点、折射率、熔点等数据。每个化合物还给出了不同包装价格，这对购买试剂等有较高的参考价值。该书每年出一本新书。你若需要，只要填写附在书中的回执，该公司便会按照你的姓名、地址免费邮寄。

3. 《Handbook of chemistry and physics》

这是一本英文的化学物理手册，从 1913 年出第一版，之后每隔一、二年再版一次，由美国化学橡胶公司（CRC）出版。

该书内容丰富，全书分六大部分，而现今已扩大到十六部分。涉及到 150000 余个化合物的名称、别名、分子式、相对分子质量、颜色、结晶形状、比旋光度、紫外吸收、熔点、沸点、密度、折射率和溶解度等物理常数。化合物按英文名称的字母顺序排列。查阅方法按英文名称或通过分子式索引查阅。

4. 《Dictionary of organic compounds》5 th Ed. I. V. Heilbron 1982

本辞典收集常见有机化合物近 30000 条，连同衍生物在内约 60000 条。内容为有机化合物的组成、分子式、结构式、来源、形状、物理常数、化学性质及其衍生物等，并给出了化合物制备的主要参考文献。该书按英文名称的字母顺序排列。1964 年，科学出版社出版有中译本，名为《汉译海氏有机化合物辞典》。

5. 《The Merck Index》

本书性质类似于《化工辞典》，主要涉及有机化合物和药物，收集了 10000 余种化合物，按照英文字母顺序排列，包括分子式、结构式、物理常数、制备方法简介和文献，书末附有分子式索引、交叉索引和主题索引等。

1.10.2 主要实验参考书

1. 奚关根，赵长彦，高建宝主编．有机化学实验·修订版．上海：华东理工大学出版社，1999

2. 王清廉，沈凤嘉修订．有机化学实验·第二版，兰州大学、复旦大学化学系有机教研室编，北京：高等教育出版社，1994

3. 周科衍，高占先主编．有机化学实验·第三版．北京：高等教育出版社，1996

4. 北京大学化学系 . 有机化学实验 . 北京 : 北京大学出版社 , 1990
5. 陈俊杰 , 郭奇珍 , 林敏主编 . 实用有机化学实验 . 福州 : 厦门大学出版社 , 1992. 12
6. 华南师范大学等五所师大合编 , 曾昭琼主编 . 有机化学实验 · 第二版 . 北京 : 高等教育出版社 , 1987
7. 谷珉珉 , 贾韵仪 , 姚子鹏编著 . 有机化学实验 . 上海 : 复旦大学出版社 , 1991
8. 李述文 , 范如霖编译 . 实用有机化学手册 . 上海 : 上海科技出版社 , 1981
9. Textbook of practical organic chemistry A.I Vogel: 4 th Ed. Longman Inc. . 1978
10. 韩广甸等编 . 有机制备化学手册 . 北京 : 石化出版社 , 1977
11. 焦家俊 . 有机化学实验 . 上海 : 上海交通大学出版社 , 2000, 2

1.11 有机化学实验教学法

1.11.1 实验教学的地位和作用

现代科学的发展,科技之母是实验。化学是一门以实验为基础的学科,许多化学理论和规律是从实验中总结出来的,同时,对于任何理论的应用和评价,也都要依据实验的探索和检验。戴安邦先生曾经说过,化学实验是化学知识的开端,是化学的第一手知识。明确地指出了化学实验的地位和作用。

实验教学是教学环节中非常重要的部分,是训练学生操作技术、测试方法、结果处理的惟一场所。很难想象,一位从事化学、化工或其他相关专业的工作人员,如果没有经过严格的实验室工作的训练,不具有一定的独立进行化学实验的能力,就能掌握和理解专业知识而有所建树。因此,从这个意义上说,实践和实验教学具有一种独特的、不可代替的作用,其重要性再怎么强调也不过分。

在传统的教育思想中,重理论,轻实践;重知识,轻能力;重设计,轻工艺;重说理,轻实效已成风气,传统式,因袭式的教育方法占了统治地位,这种作风,已不符合对合格人才的知识、能力、素质的培养要求。要想改变这种状况,最根本的作法就是重视实验,重视探究,加强动手能力,思维能力和创新能力的培养。

诺贝尔奖获得者丁肇中先生是第三位获奖的华裔学者,1997年12月10日,在瑞典皇家学院,丁肇中在领取诺贝尔物理学奖时的著名演讲中,他说:“得到诺贝尔奖是一个科学家最大的荣誉,我是在旧中国长大的。因此想借这个机会向发展中国家的青年们强调实验工作的重要性。中国有句古话:‘劳心者治人,劳力者治于人’,这种落后思想,对于发展中国家的青年们有很大害处。由于这种思想,很多发展中国家的学生们都倾向于理论研究而避免实验工作。事实上,自然科学理论不能离开实验的基础,它是从实验产生的。我希望由于我这次得奖,使他们注意实验工作的重要性。”这段话,对于在强调培养“知识宽、能力强、素质高、具有创新精神和创新能力人才”的高等教育来说,是多么的重要和深刻。北京大学王义道先生也大声呼吁:“实验是最根本的,理论从实验中产生,没有实验就没有现代科学技术”。

1.11.2 有机化学实验的目的和任务

有机化学实验是培养学生实践能力、科研能力和综合素质极其重要的环节和手段。其目的和任务应该包括两方面的信息,其一是知识结构,其二是能力结构。所谓的知识结构就是使学生掌握该课程所需要的较宽厚、扎实的实验基本理论,进一步理解和加强有机化学反

应、原理和方法，培养学生的实验方案设计、实验方法优选、实验结果讨论与分析等能力。了解和初步掌握现代化学实验技术。所谓能力结构则强调学生具有较强的实验技能，培养学生的观察能力、思维能力和想象能力、分析问题和解决问题的能力、动手能力和创新能力。

传授知识和培养能力并重，理论学习和解决实际问题并重是有机化学实验的主要目的和任务。

1.11.3 有机化学实验教学的若干问题初探

(1) 内容的精选

由于化学学科的主体是实验科学，因此对有机化学实验的基本知识、基本操作技术和基本操作原理要全面、系统和深入详尽的进行介绍，对于具体实验内容的注释，除着重强调实验安全和成败关键问题外，无须面面俱到的详细说明，使学生能够边动手、边思考，切实发挥其主观能动性。

实验内容的安排，应有利于培养学生对已学过的理论知识具有综合分析的能力，淘汰一些陈旧的、简单的、验证性的实验，增加一些代表学科前沿领域知识或从科研转化而来的实验、应用性较强的实验、部分设计实验、多步骤合成实验，切实加强学生动手能力和独立分析问题能力的训练。总的原则，应该“体现基础性，突出综合性，加强应用性”。

实验内容的选择，应以解决某一个实际问题和科学研究为背景，既具有一定的系统性同时也带有启发性和创造性。化学实验的设置应以“少而精”为基本原则，“少”不是内容的简单削减，“精”也不是去“粗”就可得到“精”，这就是说，对实验课的设置应有一个合理的框架，在“少而精”的基础上达到知识能力上的“广而博”。基于以上思想，我们认为，有机化学实验教学应分为基础性实验和综合性实验两部分三阶段。

(2) 有机化学实验教学过程方法

根据实验教学要求，有机化学实验既要对学生进行基本技能的严格规范的操作训练，又要培养学生的自我拓宽知识的能力和创新能力。可将有机化学分成两部分，三阶段。第一部分，为基础实验，旨在培养学生熟练掌握各种操作技术，分为两个阶段。第二部分，为综合实验，旨在培养学生综合能力。

第一阶段 由于学生初进实验室，首先必须深入强调学习有机化学实验的一般知识：对有机化学实验的安全知识，药品性质、使用和保存，仪器的维护和正常使用，实验预习、记录和报告整理方法，实验应具备的良好工作习惯和作风等给予详细讲授，并自始至终贯穿于实验课教学的全过程。用单元操作实验的教学形式完成有机化合物的物理性质测定，有机化合物分离提纯等基本操作训练。严要求，重规范。

第二阶段 以多组分有机化合物的分离、提纯进行综合训练，拓宽知识面，强化学生综合能力的训练。要求有准确的物理数据和合格的外观。这一阶段可以安排一些多组分混合物的实验方案设计和分离、纯化实验。目的在于巩固学生在第一阶段的一些基本操作，加强学生的动手能力、思维能力的培养。如利用 TLC 对药品 APC 组分进行分离实验，多组分分离与提纯实验等，使学生明确有机化合物的分离、纯化方法。

在教学过程中重视实验的基本操作和技巧训练，是因为它是实现有机合成的手段和方法，是学生实验能力的重要体现。在完成上述两个阶段后，可进入第三个阶段。

第三阶段 是有机化合物的合成与制备。

有机合成包括两方面的内容：一是目标分子的合成；二是合成方法的研究。在安排学生

制备实验时，既要注意反应类型，又要注意合成方法；既要注意合成物的状态，又要注意不同物态的分离、检测手段；既要注意常量操作，又要注意小量一半微量合成的训练；既要注意对科学知识的认识，又要注意科学过程和科学意义的理解。原则是，把握住每一个实验的安排均以解决实际问题为背景和目的。

实验课是教师组织指导并由学生独立实践的的教学活动。在实验教学实施过程中，应充分调动学生学习的积极性。由于学生在实验前已认真预习，所以，在进行有机实验教学的初期至中段，可向学生提出“你要做什么？正在做什么？为什么要这样做，还要做什么？”等问题，通过教师的启发式教学，使学生养成勤于思考的好习惯，学生用脑子做实验。到了中后期，由于学生已养成了良好的实验习惯，可放手让学生独立进行实验操作，教师只需进行观察、巡视和启发式指导。

在实验教学过程中，教师应该牢记学生是学习的主体，因此，要坚决避免“注入式”实验教学方式。

(3) 实验报告

实验报告是反映学生做完实验后，对其整个过程的全面总结。对于实验报告（包括预习报告）必须引起教师和学生的高度重视。

它是整个实验过程开始和结束的重要标志。因此学生在实验前必须认真预习实验内容，写出具有一定规格的预习报告，实验做完后当场提交实验报告。因此，预习报告是实验报告的基础，只是某些内容在实验完成后继续充实、补充和总结。之所以要求学生完成操作后当场提交实验报告，主要有以下好处。

学生必须预习、实验报告格式认真，否则，拿不出最终报告结果。

在认真预习的基础上，学生可按照自己编排的实验步骤，有的放矢的进行操作。

对于粗产物的分离和纯化原理，学生必须提前充分考虑，使整个实验能在理论和实践相结合的情况下顺利完成，同时，还可进一步衍生出类似此类化合物的分离模块。

实验报告的讨论和总结不容忽视，这一步往往是学生知识升华的重要方面、也是提高学生思维能力、分析问题和解决问题能力的重要手段。

对于合成实验，应尽量要求学生写出可能的反应机理，通过反应机理，不仅对反应来龙去脉有正确的认识，而且可以在预测体系的产物、改进反应条件、提高反应产率等方面都有很大的指导意义。

实验报告的结果与讨论要有针对性、目的性，不能泛泛而谈，要切实能够提炼和升华出实验的中心内容，注意事项等等。

1.11.4 实验考核及评定方法

实验教学环节的基本特点就是实践性，整个教学过程主要是学生自己动手做实验，因此，从某种意义上说，这既是对学生能力的培养、训练过程，也是对学生能力的考核过程。正是基于这样一个认识，有机化学实验的考核应该与教学过程同步进行。或者是说，学生进入实验室之日就是考核的开始。这里的考核应该是综合性的，而不提倡某一方面（如实验报告）。戴安邦先生把科学研究能力分解为七个方面：动手能力、观测能力、查阅能力、记忆能力、思维能力、想象能力和表达能力，对于有机化学实验，同样具有十分重要的参考价值。从培养科学工作者的角度出发，为了评估方便，应在操作能力、观察能力、分析能力和解决问题的能力，表达能力以及严谨、科学实事求是的态度等方面进行综合考核。如果认为，只要做完实验，拿出合格产品，就可以给及格而不究其是否注意了观察与记录，也不究

其对实验结果有无分析见解，或者忽视了其严谨、科学的工作作风和习惯，这显然不利于学生综合素质的培养和提高。因此，对学生平时实验成绩的考核，应严格要求，采取“一票否决法”，并在学生一进入实验室就详细说明。这样做，既有利于强化学生全面训练的效果，也有助于培养学生具有科学研究的能力和素质。以下是学生实验能力考核的参考标准，见表1-5，仅供参考。

表 1-5 学生实验能力考核的参考标准

序号	项目	优	良	中	及格	不及格
1	实验预习	完整、充分、格式规范	完整较充分	完整	基本完整	不完整、不规范、不清楚
2	基本操作	操作正确、规范、熟练	操作正确、规范，时间安排较合理	操作正确，安排欠妥	操作基本正确，偶有违反操作，指后能改	操作多有不当，或有严重错误
3	观察与记录能力	认真观察仔细记录	认真观察记录较完整	注意了观察与记录基本完整	有记录但不完整	基本无记录或临时记在纸上
4	实验结果与讨论(分析和解决问题)	对实验结果分析正确，讨论充分，善于总结	对实验结果进行较认真讨论	对实验结果进行初步的分析与讨论	有结果，对实验有基本小节	实验结果与实际相差太大，实验报告无分析和讨论
5	实验纪律与作风	严守纪律作风严谨	能遵守纪律，态度认真	实验较认真	基本按要求完成实验，但有违纪行为	严重违反实验纪律，态度马虎

1.11.5 “开放”教学方式

所谓“开放”教学方式，主要是指实验教学的时间和方式上采取“开放”。

在上实验课的过程中，经常会遇到有些学生要求做一些课堂规定内容以外的实验，或提出可否不按照书上的实验步骤做等问题，于是，在不影响正常教学的情况下，实验室可向学生开放，这种教学方式俗称“开放实验室”。建立开放实验室，对充分利用实验设备条件，提高学生实验能力的培养有很多好处。

学生有更多的机会走进实验室，有利于学生掌握熟练的操作技术与技能，提高其动手能力。

允许学生自选实验内容，能使学生主动地、灵活地、积极的研究问题，有利于培养学生独立进行科学研究的能力。

学生自行进入实验室，有利于因材施教。

由于可自行选题，实验往往不是一次成功，重要的是总结原因、寻找方法，这更使学生能够了解科学研究的艰巨性。

能充分发挥实验设备的潜力，为提高实验教学的质量服务。

⑥ 在基础有机实验中以文献查阅作为开放实验教学方式的演练。

对于开放实验室由于学生的实验类别不同，教师宜注意加强管理，以防意外事故发生，开放室的时间应有统一安排，要有经验丰富的教师或实验技术人员值班。

开放实验室不仅能使实验内容多样化，而且还能加深学生对于科学知识、科学过程和科学社会意义的理解，克服传统教育对学生的主体性尊重不够这一弊端，在今后的教学工作中，必将发挥更大的作用。

1.11.6 科学作风和科学协作

从事自然科学实验的目的是探索自然的奥秘。揭示客观存在的规律并最终为我所用。以