

第一部分 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验的目的

有机化学是一门以实验为基础的学科。许多有机化学的理论和规律是从实验中总结出来的，同时又依据实验的结果对其是否正确作出评价，所以有机化学实验在整个有机化学教学中占有极其重要的地位。

有机化学实验是师专化学专业独立开设的一门必修基础课。它的教学主要目的是通过实验实践，要求学生：

(1) 熟悉有机化学实验的一般知识，掌握有机化学实验的基本操作技能，培养独立实验能力。

(2) 通过性质试验，验证各类常见有机物的主要性质和鉴定方法，丰富学生的感性知识，巩固和加深有机化学的基本知识。

(3) 通过合成实验学会一些重要有机物的制备、分离和提纯方法，加深对典型有机反应的理解。

(4) 学会正确观察实验现象、合理处理数据、准确描绘仪器装置简图、撰写实验报告、查阅化学手册以及设计演示实验的初步能力。

(5) 养成实事求是的科学态度和良好的实验习惯，培养分析问题和解决问题的能力，提高素质。

培养中学化学教师，实验课更为重要。因为化学实验是化学教学的基础，教师实验技能的高低直接影响到教学效果的好坏和年青一代动手能力的培养，实验教学的作用是理论学习和生产劳动所不能代替的。因此，必须十分重视实验课的教学，努力提高实

验课的质量。

1.2 有机化学实验规则

为了保证有机化学实验的顺利进行，学生做实验时必须遵守下列规则：

(1) 认真预习 实验前要认真预习实验教材，复习有机化学教材中的有关章节，明确实验目的和要求，弄清原理和操作步骤，了解实验的关键及注意事项，订出实验计划并初步预测实验结果，做到心中有数。动手做实验前还应检查实验用品是否齐全，装置是否正确稳妥。

(2) 规范操作 实验时要听从老师指导，尊重实验室工作人员的工作 规范操作 仔细观察。要积极独立思考 及时、如实地在专用本子上记录观察到的现象并做出科学的解释。如遇实验结果和理论不符，应分析原因或重做实验，得出正确结论，努力提高分析、推理和联想的思维能力。

(3) 注意安全 学生进实验室要穿实验服，严格遵守安全守则 弄清水、电、煤气开关、通风设备、灭火器材、救护用品的配备情况和安放地点，并能正确使用。使用易燃易爆或剧毒药品，要特别提高警惕，千万不能麻痹大意。更改实验步骤或试剂用量，须征得指导老师同意。如遇意外事故，应立即报告老师采取适当措施，妥善处理。

(4) 保持整洁 要保持实验室的安静、整洁。不得在实验室谈笑或高声喧哗，不得在实验室内、外闲逛。仪器、药品应摆得井然有序，使用仪器器材或取用药品后，要立即恢复原状，送还原处。装置要求规范、美观 废酸、废碱应倒入废液缸 严禁倒入水槽 废纸、火柴梗、碎玻璃等固体废物应丢入废物箱，不得扔在地上或丢入水槽。实验完毕，要将仪器洗净，放入柜内，揩净实验台和试剂架并检查水、电、煤气开关是否关闭。值日生应切实负责整理公用

器材，打扫实验室，倒净废液缸。离开实验室前，应关水、电、煤气的总开关，关好窗户。

(5) 厉行节约 爱护实验室各种仪器和设备，节约药品和其他易耗品，节约水、电、煤气。不得将仪器和药品携出室外他用。损坏仪器要填写仪器破损单，经指导老师签署意见后，凭原物向管理室换取新仪器。

(6) 写好报告 实验课后应按实验记录和数据独立完成实验报告，不得拼凑或抄袭他人数据。书写实验报告要求条理清楚，结论明确，字迹端正，绘图规范并按时交指导老师批改。

1.3 有机化学实验室安全知识

有机化学实验总用水、用电、用火，而且有机化学试剂多数有毒、易燃。因此，为了保证实验正常进行，学生必须掌握实验室的安全知识，自觉遵守安全守则。

一、实验室安全守则

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥；实验进行时不得擅离岗位，要经常注意反应情况是否正常，装置有无漏气、破裂等现象；常压下进行蒸馏、回流操作，整个系统必须和大气相通，否则可能会发生爆炸。

(2) 做可能发生危险的实验，应有防护措施，并戴上安全眼镜、面罩、橡皮手套。

(3) 在实验室不准贮放大量的易燃物。乙醚、丙酮、乙酸乙酯、汽油、酒精和苯等是有机实验室常用的易挥发、易燃烧的有机溶剂，使用时应远离火源，特别要注意邻座同学是否在使用明火。加热时不能使用广口容器，也不能采用密闭系统，应该用热水浴或蒸汽浴并加回流装置，严禁使用明火直接加热。

有机过氧化物、苦味酸金属盐等，受热或撞击均会爆炸，用时特别小心。乙炔银、乙炔亚铜等金属炔化物干燥时受到撞击，立

即爆炸，要及时用浓盐酸或硝酸使它分解、销毁。

(4) 实验药品不得入口。取用有毒药品如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷化物、汞化物、氰化物、四氯化碳、三氯乙烯等更须小心，不得接触伤口（氰化钠沾及伤口会随血液循环全身，严重的可以致死），也不能随便倒入下水道，污染环境。严格地说绝大多数药品都有一定的毒性，因此严禁在实验室内饮食、吸烟。实验完毕要认真洗手。

(5) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性、刺激性气体的实验应在通风橱内进行，使用过的器皿应及时清洗。

(6) 不能用湿手去使用电器或手握湿物去拿插头。为了防止触电，电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕应先切断电源，再拆卸装置。

(7) 熟悉安全用品如灭火器材，沙箱以及急救药箱的放置地点和使用方法。安全用品要妥加保管，不准移作它用。

二、实验室意外事故的处理和急救

(1) 起火 要保持冷静，不能惊慌失措。首先应尽快扑灭火源并移开附近的易燃物质。少量有机溶剂着火，可用湿布、黄沙扑灭，不可用水。细口容器内溶剂或油浴着火，可用湿布或石棉网盖熄。若火势较大，则使用泡沫灭火器。电器设备着火，应先切断电源，再用四氯化碳灭火器（通风不良的小实验室忌用，因为四氯化碳在高温时生成剧毒的光气）或二氧化碳灭火器灭火。不管用哪一种灭火器，都应从火周围开始向火中心扑灭。

衣服着火时，切勿惊慌，应赶快脱下衣服或用石棉布、厚外套覆盖着火处，切忌在实验室内乱跑。情况危急时可就地卧倒打滚，盖上毛毯，或用水冲淋，使火熄灭。

(2) 玻璃割伤 伤口内若有玻璃碎片，须先取出，若伤口不大，可用 1% 碘伏（聚维酮碘溶液）涂抹擦洗，然后包扎伤口。

(3) 烫伤 轻者涂以烫伤油膏如兰油烃等。

(4) 酸液或碱液溅入眼中 应立即用大量水冲洗，然后相应

地再用 1%碳酸氢钠溶液或 1%硼酸溶液洗，最后再用水洗。如溅在皮肤上，除上述处理外还要涂上药用凡士林。

(5) 皮肤被溴灼伤 立刻用大量水冲洗，继而用石油醚或酒精擦洗，再用 2% 硫代硫酸钠溶液洗，然后加甘油按摩，再敷上烫伤油膏。

(6) 触电 首先应切断电源，必要时进行人工呼吸。

(7) 酸、碱入口 先用大量水漱口，再饮大量水稀释。酸中毒可服用氢氧化铝凝胶和鸡蛋清，碱中毒则服用食醋和鸡蛋清。然后都饮牛奶，不要服催吐剂。有毒药品入口，先把 5~10 cm³稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中，内服后用手指挖咽喉，促使呕吐，然后立即送医院。

(8) 吸入少量氯气或溴蒸气 可用稀碳酸氢钠溶液漱口，然后吸入少量酒精蒸气，并到室外空气流通处休息。

中毒患者或其他伤势较重者，经初步处理后应立即送医院急救。

三、急救器材和药品

(1) 消防器材 泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、防火毛毯、黄沙等。

(2) 急救药箱 内备 1%碘伏，甘油，凡士林，烫伤油膏（如兰油烃等），70%酒精，3%双氧水，1%醋酸溶液，1%硼酸溶液，1%碳酸氢钠溶液，饱和碳酸氢钠溶液，绷带，纱布，药棉，棉花签，橡皮膏，镊子，剪刀等。

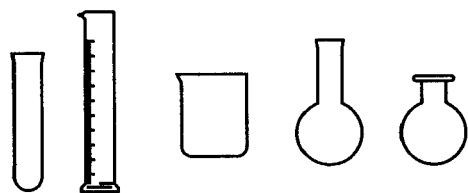
1.4 有机化学实验的常用仪器设备及其保养

一、普通玻璃仪器

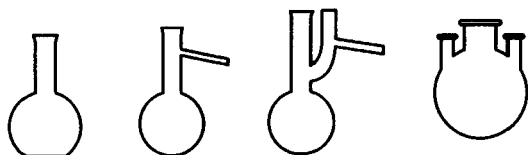
常见的普通玻璃仪器如图 1。

化学实验用的玻璃仪器一般由钾玻璃制成。使用时要轻拿轻放。除试管、烧杯和各种烧瓶外，不能用火焰直接加热（烧杯、烧瓶

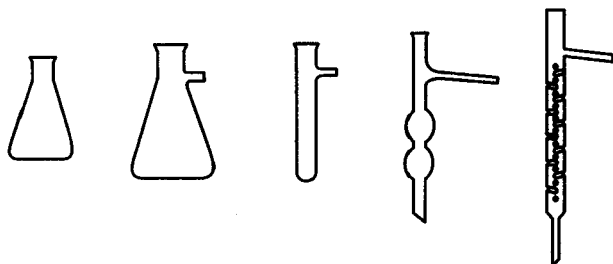
加热要垫石棉网)。厚壁玻璃仪器如吸滤瓶,耐压不耐热,不能加热。平底烧瓶、锥形瓶不耐压,不能用于减压系统。广口瓶用于盛



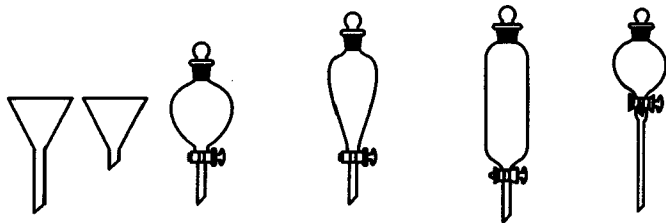
试管 量筒 烧杯 圆底烧瓶



平底烧瓶 蒸馏烧瓶 克氏蒸馏烧瓶 三颈烧瓶



锥形瓶 吸滤瓶 具支试管 双球分馏柱 刺形分馏柱



玻璃漏斗 圆形分液漏斗 梨形分液漏斗 圆筒形分液漏斗 滴液漏斗



洗气瓶
(直管式)



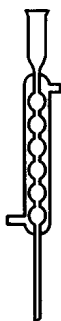
洗气瓶
(多孔式)



气体干燥塔



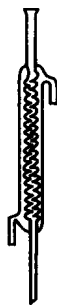
空气冷凝管



球形冷凝管



直形冷凝管



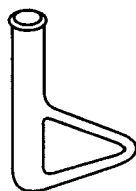
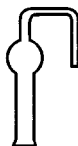
蛇形冷凝管



指形冷凝管



干燥管



熔点测定管
(Thiele管)



图 1 普通玻璃仪器

固体药品，不能贮放有机试液。温度计不能当玻璃棒使用，带旋塞的玻璃仪器长时间不用，要在旋塞和磨口之间衬垫一张小纸条，以防粘住。如已粘住，可在塞子四周滴上机油，再用电吹风吹热或微火慢慢加热，待外层玻璃受热膨胀，而内部旋塞还未膨胀时，用手旋转或用木板轻敲塞子，使之松开。如果是碱性物质或尘土使旋塞粘住，可将仪器放在水中煮沸后，再用木板敲打，但不可用力过猛，以免破裂。

二、标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器，不需要木塞或橡皮塞，直接可以与相同号码的接口相互紧密连接，省去塞子钻孔手续，节约时间，使用方便。此外磨口仪器的蒸气通道较大，不像用塞子连接的玻璃管那样狭窄，所以比较通畅。它比普通玻璃仪器优越，惟价格较贵，使用时要小心仔细。

标准磨口玻璃仪器的磨口，采用国际通用的 $1/10$ 锥度。磨口每长 10 个单位，小端直径比大端直径缩小一个单位，即轴向长度 $H = 10$

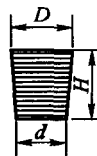


图 2 锥形标准磨口

mm 时, 锥体大端直径和小端直径之差 $D - d = 1$ mm 锥体的半锥角为 $2^{\circ}51'45''$ 。见图 2。

由于磨口的标准化、通用化, 凡属相同号码的接口可以任意互换, 可按需要组装各种形式的实验装置。

常用标准磨口有 10, 14, 19, 24, 29, 34 等多种。如“14”即表示磨口大端的直径为 14 mm。各类仪器的编号因生产厂而异, 现以上海玻璃仪器厂的产品为例, 介绍一种编号方法。

例 1 三颈烧瓶规格 500 cm^3 中口直径 29 mm 两个支口直径 24 mm, 其编号为 4/500/24, 29, 24。

编号的顺序是: (1) 仪器或配件的类别 (4 是三颈烧瓶在该厂的编号); (2) 仪器或配件的规格, 500 表示三颈烧瓶的容量为 500 cm^3 ; (3) 标准磨口规格的排列次序 (从左到右, 从上到下)。

例 2 长 200 mm, 上下两磨口直径均为 19 mm 的直形冷凝管的编号为 21/200/19 \times 2。

图 3 为有机化学实验制备用的标准磨口玻璃仪器。

标准磨口仪器国内已经普遍使用。使用标准磨口仪器时要注意以下几点:

(1) 磨口必须保持洁净, 不能沾有灰尘和沙粒, 否则磨口不能紧密连接, 而且还会损坏磨口, 影响精密度。

(2) 仪器用毕, 立即拆卸洗净, 各个部件分开存放。否则, 放置太久, 磨口之间会发生粘结, 很难拆开。

(3) 常压下使用磨口仪器, 一般不需要涂润滑脂, 以免溶入反应容器内, 污染反应产物。如果用来处理盐类溶液或强碱性物质, 则要在磨口表面涂上一薄层润滑脂, 以免溶液蒸发后析出固体或因碱腐蚀生成硅酸钠, 使磨口粘结, 无法拆开。为了保证气密性, 减压蒸馏时磨口必须涂上润滑脂。

(4) 安装仪器时, 磨口连接处不能歪斜。否则, 由于扭曲张力, 容易造成仪器破裂。

(5) 洗涤磨口时, 不可用泥灰、去污粉等擦洗, 以免损伤磨口,

影响气密性。

三、金属用具

金属用具有：铁架台，铁圈，十字夹，铁夹，冷凝管夹，三脚架，坩埚钳，弹簧止水夹，螺旋夹，水浴锅，油浴锅，水蒸气发生器，钻孔器，三角锉，圆锉，镊子，不锈钢刮刀等。用后不要乱放，注意保持干燥，以免锈蚀。



梨形烧瓶



圆底烧瓶



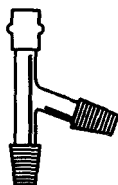
三口梨形烧瓶



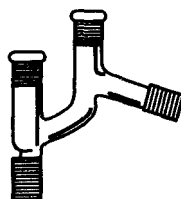
圆形三颈烧瓶



锥形瓶



蒸馏头



克氏蒸馏头



分液漏斗



恒压漏斗



干燥管

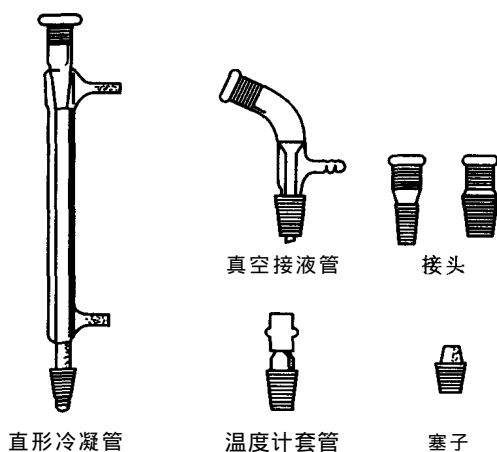


图 3 标准磨口玻璃仪器

四、电器和其它设备

(1) 电热套 电热套实际上是一只改装的小电炉。外壳由金

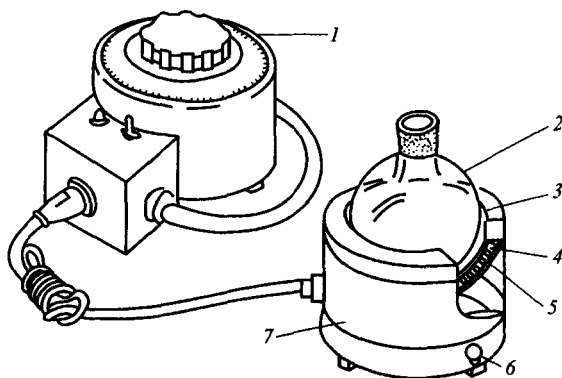


图 4 配有调压变压器的电热套

1—自耦变压器(调压变压器), 2—圆底烧瓶, 3—衬套, 4—加热线圈,
5—绝缘材料, 6—指示灯(仪器加热时亮), 7—电热套外壳

属制成，里面凹进去由玻璃纤维织品做成半球形或圆锥形，刚好使烧瓶套入。玻璃纤维织品下面埋着盘旋的电热丝，通电后即可加热 如图 4。电热套使用方便，控制温度容易（配有调压器），而且不易使有机溶剂着火，是有机实验中一种比较理想的加热设备。

(2) 电动搅拌器 由机座、电动机、调速器三部分组成，如图 5 电动机主轴配有搅拌扎头，旋紧螺旋，可以紧紧地扎住连接搅拌器的玻璃棒。使用时，转动调速器旋钮，逐渐加速至符合要求的转速为止，不要一下子开至高速挡。搅拌速度不宜太快，避免液体

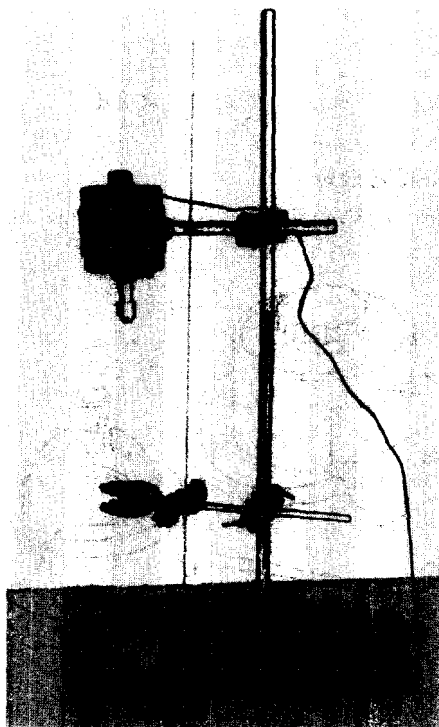


图 5 电动搅拌器

飞溅出来。关闭时也应注意逐渐减速直至停止。

电动机、调速器应保持干燥清洁，不能受潮。

(3) 磁力搅拌器 由电动机、磁钢和搅拌转子组成，如图 6。搅拌转子是一块包有玻璃或塑料外壳的软铁，将转子放入反应容器中，再把容器放在磁力搅拌器的托盘上，接通电源，电动机直接使磁钢转动，带动搅拌转子旋转，达到搅拌的目的。一般磁力搅拌器都同时具有加热、自动控温、调速等功能，使用起来，非常方便。例如，一个带有搅拌器及滴加液体的回流装置，如改用磁力搅拌器就简便得多了如图 7。

(4) 烘箱 实验室中常用的是电热鼓风干燥箱，温度可以控制在 $50\sim 300^{\circ}\text{C}$ ，箱内有自动控制系统，使调节好的温度保持恒定。

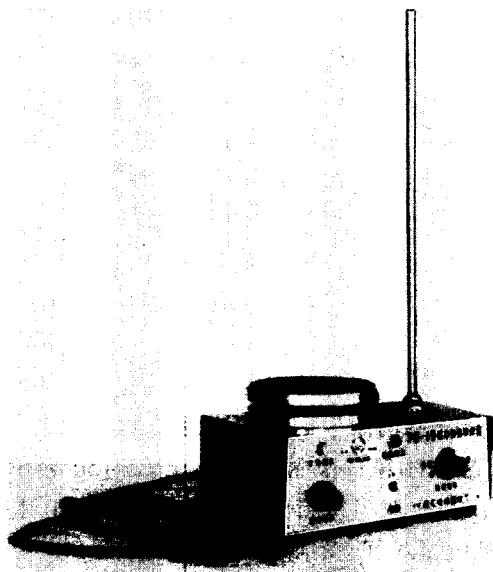


图 6 磁力搅拌器

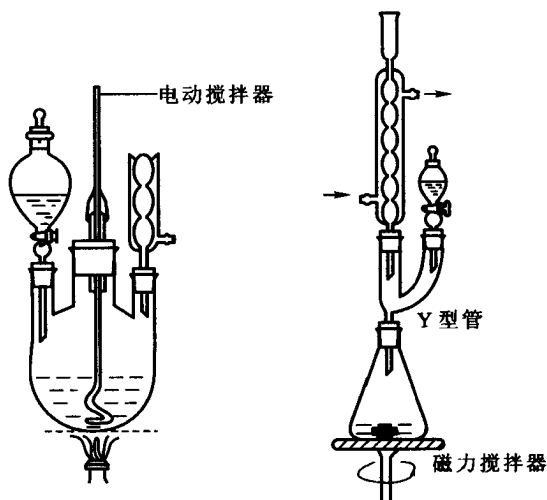


图 7 带有搅拌器及滴加液体装置的回流装置

干燥玻璃仪器一般控制在 105 左右。调温的方法是：接通电源后，将控温旋钮顺时针方向旋至最高点，此时箱内升温，当温度升至所需温度时，立即将旋钮向逆时针方向慢慢旋回，至红色指示灯灭而黄灯亮时，此处即为该温度的恒温控制点。为了便于以后调温，最好做上标记。易燃、易爆、易挥发以及有腐蚀性的物品禁止放入烘箱内。烘箱用后，应切断外电源以保证安全。

(5) 冰箱 通常有单门和双门之分。单门电冰箱的冷冻室和冷藏室共用一扇门，冷冻室比较小。双门电冰箱的冷冻室和冷藏室分上下二层，分别用两扇门开关。冰箱的标牌上方通常有一行字母和数字，这是冰箱的型号。例如 BYD 150 表示有效容积为 150L 的电机压缩式双门冰箱。其中 B 表示家用电冰箱；Y 表示制冷方式为电机压缩式；D 表示双温、双门；阿拉伯数字表示容积，单位为升 (L) 改进序号以 A、B、... 表示。

国际上用星级来标定冰箱冷冻室的温度等级。不同星级冰箱

冷冻室的温度如下：

级 别	符 号	冷冻室温度
一星级	★	-6℃以下
二星级	★★	-12℃以下
三星级	★★★	-18℃以下
四星级	★★★★	-30℃以下

注：无星级符号相当于一星级。

冰箱内有一个温控器，其调节盘上刻有 1,2,3,4,5 等数字 指针的数字越大，表示箱内温度越低，相应地耗电也大。此外还有下列标记：“0”或“OFF”表示电源被切断 压缩机不工作；“不停”“速冻”或“max”，表示压缩机处于持续运转状态，只有当需要急速冷冻时，才将温控器调到这个位置。一般使用时都将温控器调在“3”的位置上。

实验室如需要少量冰块，可将冰箱中的冰盒（铝制或塑料制）取出 洗净 灌入容量 4/5 左右的水，放入冷冻室中，约 2 h 左右即成。取冰时如果冰盒和冷冻室底面牢固地冻结在一起，可加少量水，使冻结面的冰熔化，即可取出冰盒，切忌用小刀等金属器撬开。从冰盒中取出冰块时，可用自来水淋洗冰盒背面片刻，冰块即可取出。

(6) 气体钢瓶 是一种在加压下贮存气体的容器，通常用铸钢、低合金钢或玻璃钢制成。我国各种气体钢瓶的色标如表 1。

高压气体钢瓶必须装上减压表（它将钢瓶里的高压气体的压力降到工作压力）后方可使用。减压表和钢瓶的连接要非常牢固紧密，不得漏气。开瓶时，气体出口不准对着人，开关要慢慢开启，不得用力过猛，否则冲出的气流温度升高，容易引起燃烧或爆炸。瓶中气体不能全部用完，应留有剩余压力。使用可燃性气体时必须装有防止回火的装置。

钢瓶应旋紧安全帽，存放在阴凉、干燥、远离热源的地方，避免

表 1 气体钢瓶的色标

气 瓶 名 称	瓶身颜色	字 样	字样颜色	横条颜色
氧气瓶(O ₂)	天蓝	氧	黑	—
医用氧气瓶(O ₂)	天蓝	医用氧	黑	—
氢气瓶(H ₂)	深绿	氢	红	红
氮气瓶(N ₂)	黑	氮	黄	棕
灯泡氩气瓶(Ar)	黑	灯泡氩气	天蓝	天蓝
纯氩气瓶(Ar)	灰	纯氩	绿	—
氦气瓶(He)	棕	氦	白	—
压缩空气瓶	黑	压缩空气	白	—
石油气体瓶	灰	石油气体	红	—
氖气瓶(Ne)	褐红	氖	白	—
硫化氢气瓶(H ₂ S)	白	硫化氢	红	红
氯气瓶(Cl ₂)	草绿	氯	白	白
氨气瓶(NH ₃)	黄	氨	黑	—
丁烯气瓶(C ₄ H ₈)	红	丁烯	黄	黑黄
二氧化硫气瓶(SO ₂)	黑	二氧化硫	白	黄
二氧化碳气体 CO ₂	黑	二氧化碳	黄	—
环丙烷气瓶 $\left(\begin{array}{c} \text{CH}_2 \text{---} \text{CH}_2 \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2 \end{array} \right)$	橙黄	环丙烷	黑	—
乙烯气体(C ₂ H ₄)	紫	乙烯	红	—
其它可燃性气体气瓶	红	(气体名称)	白	—
其它非可燃性气体气瓶	黑	(气体名称)	黄	—

日光曝晒，温度不超过 35℃。钢瓶要定期进行抗压试验，一般三年一次，玻璃钢制的钢瓶是每年一次。试验后在钢瓶上刻上日期，有问题的钢瓶应及时更换，不得勉强使用。

五、玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

实验时，必须使用洁净的玻璃仪器。如果仪器不干净，混入杂质，常常会影响实验结果或产物纯度。应该养成实验完毕立即洗净仪器的好习惯，因为污物的性质在当时是清楚的，易用合适的方法除去。日子久了，会增加洗涤的困难。洗涤玻璃仪器，一般可采

用下列方法：

(1) 用水刷洗 洗去可溶性杂质并使附在仪器上的尘土及其它不溶性杂质脱落。

(2) 用去污粉（含碳酸钠、白垩等）和合成洗涤剂刷洗，可除去仪器上的油污，刷洗后用自来水冲洗多次。

(3) 用酸洗 用盐酸可洗去附着在器壁上的金属氧化物和碳酸盐积垢，用硝酸洗去附在试管壁的银镜和铜镜。

(4) 用铬酸洗液洗 铬酸洗液是由重铬酸钾和浓硫酸配制而成，有很强的氧化性，对有机物和油污去污能力特别强。使用前应把玻璃仪器上的污物尽量除去，倾去里面的水，然后倒入洗液，使仪器倾斜并慢慢转动，让洗液充分润湿不干净的内壁。数分钟后把洗液倒回原瓶，最后用自来水冲洗。若污物为粘在内壁的少量炭化残渣，可加入少量洗液，浸泡一段时间后再在火焰上均匀加热，直至洗液开始冒气泡，这时炭化残渣被氧化即可除去。将用过的少量洗液弃去，不要倒回原瓶。

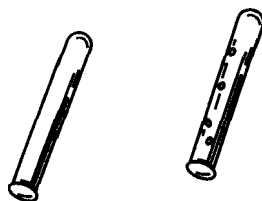
(5) 用草酸溶液洗 玻璃仪器盛过高锰酸钾溶液后，往往残留一层二氧化锰，可用 5% 草酸溶液（加少量盐酸酸化）洗去。

(6) 用有机溶剂洗 胶状或焦油状的有机残留物粘附在瓶壁，如用上述方法不能洗净，可选工业用的有机溶剂如乙醇、丙酮、乙醚或四氯化碳等浸泡除去。浸泡时要加塞子，以免溶剂挥发，同时不能接触明火。

若玻璃仪器用于精制产物或做有机分析，用上述方法洗涤后，还要用蒸馏水荡洗 1~2 次。

玻璃仪器已洗净的标志是：器壁可被水润湿，加水倒置时，水会顺器壁流下，器壁上只有一层又薄又匀的水膜，不挂水珠。如图 8。

仪器洗净后不得再用布、纸擦拭。



(a) 洗净 (b) 未洗净

图 8 洗净标准