

# 绪 言

## 1. 有机化学实验的目的要求

农业科学是一门实践的科学，研究农业科学必须进行一系列在自然或实验室条件下的科学实验。不论这些实验是一般的还是特殊设计的，都要有生物学、化学、物理学等实验技术作基础，有机化学实验便是这些基础的重要组成部分。

有机化学也是一门实践的科学，书本知识只是先辈们无数次实验的记载、归纳、推理和总结。随着科学的发展，这些知识将日新月异，不断更新和丰富。通过有机化学实验，一方面可以用我们亲手做出来的结果来验证书本知识，使我们学得的知识具体化，帮助我们加深对书本知识的理解和巩固；同时实验课使学生在实验手段和方法、实验技术、仪器使用等方面得到全面培养，提高动手能力，为将来在浩瀚的知识海洋中注入一杯“我们自己的水”而做好准备。

进行科学实验，一要实事求是，二要慎密准确，只有这样，其所得的结果及由此得出的分析和推论，才是有意义的。通过实验操作的训练，逐步培养思维能力和综合归纳的能力，提高观察问题和分析问题的敏锐力，使实事求是和力求慎密准确成为我们的职业习惯和基本态度。

## 2. 怎样做好有机化学实验

任何科学实验大致都分为三个阶段进行：一是准备阶段，包括查找资料、拟订计划等工作；二是实验阶段，包括实验操作、观察、记录等工作；三是总结阶段，包括数据分析、归纳推理等工作。有机化学实验也不例外。

有机化学实验的具体步骤和注意事项简述如下：

### (1) 准备阶段。

在进行实验前，要做好准备工作。准备工作做得好，可以起到事半功倍的效果。

有机化学实验，着重于基本技能和基本方法的训练。实验前必须认真预习，通过预习达到下列要求：

阅读实验教材，复习与实验有关的理论。

明确实验目的与要求。

了解实验内容、步骤、操作方法以及注意事项。

写出预习报告。预习报告可以采用符号、表解或图解（流程图）的方式，并用醒目的标记注出必须注意的事项，以便进行实验时一瞥就知道这一步或下一步要做什么和该注意什么，并且要留有空白，以便随时记录实验现象和数据。

### (2) 实验操作。

实验进行时，思想要集中，操作要认真，仔细观察，积极思考，及时将观察到的实验现象及测得的各种数据如实地记录在记录本上。要严格按照操作规则进行实验，遵从教师的指导，在具体操作过程中动作要敏捷有序，不慌不乱。

要保持实验室（包括实验桌面）的清洁和整齐。药品用后应立即放回原处，应特别注意，滴管的滴管必须插回原瓶，切勿插错，以免沾污试剂或发生意外事故。

### (3) 总结。

在科学研究中，数据处理和归纳总结是完成研究不可缺少的一步。在我们的实验课程中，实验报告就是对这项工作培养训练，因此必须认真对待。

实验报告是总结实验进行的情况、分析实验中出现的問題、整理归纳实验结果必不可少的环节。无论实际结果与书本记载是否相符，都必须按照实际情况报告。

### 3. 实验报告格式

实验报告应包括实验名称、目的要求、基本原理、主要试剂的用量及规格、实验步骤、现象、反应式、产率计算、讨论等等。填写报告时，字迹要工整，文字要精练，图要准确。不同类型的实验，其报告的要求也不一样。下面例举几种有机化学实验报告的格式。

#### 性质实验报告

##### (一) 实验目的与要求

##### (二) 实验内容

名称	实验步骤	现象	解释
酸性试验	1 mL H <sub>2</sub> O 加 1 滴酚酞 + 95%乙醇 1 滴 加 1 滴 1% NaOH + 90%苯酚 1 滴	红色不褪 红色褪去	乙醇酸性比 H <sub>2</sub> O 弱, 苯酚酸性比水强 $\text{PhOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{PhONa} + \text{H}_2\text{O}$
Lucas 试剂反应	正丁醇 仲丁醇 叔丁醇 各 2 滴 $\xrightarrow{5 \text{ 滴 Lucas 试剂}}$	加热 50~60 °C 浑浊 静置 10 分钟浑浊 立即浑浊	$\text{ROH} \xrightarrow{\text{ZnCl}_2} \text{RCl} + \text{H}_2\text{O}$ 反应速度 叔醇 > 醇 > 伯醇

##### (三) 问题与讨论

#### 基本操作实验报告

##### (一) 实验目的与要求

##### (二) 基本原理及用途

##### (三) 仪器装置图

##### (四) 实验步骤

##### (五) 实验结果

##### (六) 问题及讨论

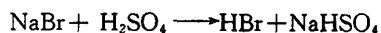
#### 合成实验报告示例

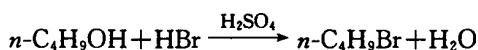
##### (一) 目的要求

1. 了解由醇制备溴代烷的原理及方法。
2. 初步掌握回流及气体吸收装置和分液漏斗的使用。

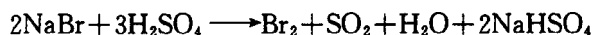
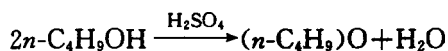
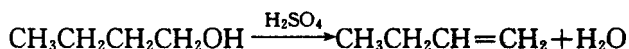
##### (二) 反应式和主要副反应

主反应：





副反应:



(三) 主要试剂用量与规格

正丁醇 (C. P.) 15 g (9.3 mL) 0.10 mol 硫酸 (C. P.) 14.5 mL

溴化钠 12.5 g (0.12 mol)

(四) 主要原料及产物的物理常数

名称	分子量	性状	折光率	相对密度	熔点/°C	沸点/°C	溶解度/g · (100 mL 溶剂) <sup>-1</sup>		
							水	醇	醚
正丁醇	74.1	无色透明液体	1.399 3	0.809 9	-89.5	17.7	7.92	溶	溶
正溴丁烷	137.0	无色透明液体	1.439 8	1.299 0	-112.4	101.6	不溶	溶	溶

(五) 反应装置图

(六) 实验步骤及现象记录

步 骤	现 象
(1) 于 100 mL 圆底烧瓶中加入 10 mL 水, 14.5 mL 浓硫酸, 振摇冷却。	放热, 烧瓶烫手。
(2) + 9.3 mL <i>n</i> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OH 及 12.5 g NaBr 振摇 + 沸石 2~3 颗。	不分层, 有许多 NaBr 未溶, 瓶中出现白雾状 HBr。
(3) 装冷凝管、HBr 吸收装置, 电热套加热回流 1 小时。	沸腾, 瓶中白雾状 HBr 增多, 并从冷凝管上升, 为气体吸收装置吸收。瓶中液体由一层变为三层, 上层开始极薄, 中层为橙黄色, 上层越来越厚, 中层越来越薄, 最后消失。上层颜色由淡黄→橙黄色。
(4) 稍冷, 改为蒸馏装置, + 沸石, 蒸出 <i>n</i> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> Br。	馏出液混浊, 分层, 瓶中上层越来越少, 最后消失, 消失后过片刻停止蒸馏。蒸馏瓶冷却, 析出无色透明结晶 (NaHSO <sub>4</sub> )。
(5) 粗产物用 10 mL 水洗。 在干燥的分液漏斗中用 5 mL 浓 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 洗 10 mL 水洗 10 mL 饱和 NaHCO <sub>3</sub> 洗	产物在下层。 加一滴浓 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 沉至下层, 证明产物在上层。 两层交界处有些絮状物
(6) 粗产物置于 50 mL 三角瓶中, + 1 g 无水 CaCl <sub>2</sub> 干燥。	粗产物有些浑浊, 稍摇, 透明。
(7) 产物滤入 50 mL 蒸馏瓶中 + 沸石, 蒸馏收集 99~103 °C 馏分。	99 °C 以前馏出液体很少, 长时间稳定于 101~102 °C。后升至 103 °C, 温度下降, 瓶中液体很少, 停止蒸馏。
产物外观, 重量。	无色液体, 瓶重 15.5 g, 共重 24.5 g, 产物重 9 g。

(七) 产率的计算

因溴化钠过量 理论产量应按正丁醇计算。

0.1 mol 正溴丁烷 即 13.7 g 产率为：

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\% = \frac{9}{13.7} \times 100\% = 66\%$$

(八) 讨论

# 1 有机化学实验的一般知识

## 1.1 有机化学实验室规则

有机化学实验教学的目的是训练学生进行有机化学实验的基本技能和基础知识，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的问题，提高动手能力。同时它也是培养学生实事求是、严格认真的科学态度与良好工作习惯的一个重要环节。为了保证实验的正常进行和培养良好的实验作风，学生必须遵守下列实验室规则：

(1) 实验前应做好一切准备工作，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，了解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。

(2) 进入实验室，应严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应立即报告老师及时处理。

(3) 实验前要检查实验仪器是否完好，如有缺损可向教师申报登记补发。

(4) 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测定的所有数据都应立即、如实地做好记录，然后将记录本和盛有产物并贴好标签的样品瓶交老师检查。

(5) 遵从教师的指导，并严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。若有新的见解或建议要改变实验步骤时，需征求教师同意后，方可改变，以免出现意外事故。

(6) 实验室要保持安静，不要大声喧哗，操作要认真，不得擅自离开实验岗位。要合理安排好时间，实验结束后，须经教师签字后方能离开。

(7) 保持实验室整洁。实验时做到桌面、地面、水槽、仪器干净。任何固体物质不能投入水槽中，以免堵塞下水道。废纸、废屑及火柴梗等应分别放入指定的地方。

(8) 爱护公物。公用仪器及药品不能随意挪动，用后立即放回原处。节约水、电及消耗性药品。实验完毕，要将仪器洗净，摆放整齐，实验台要擦干净。

(9) 学生轮流值日。值日生应负责整理公用器材 打扫实验室 倒净废液缸 检查水、电 关好门窗，确保实验室内环境清洁整齐。

## 1.2 实验中的安全知识

实验中安全第一。有机化学实验中经常要用到一些易燃、易爆、有毒和有腐蚀性的药品和易破碎的玻璃仪器以及一些较为贵重的仪器设备，如使用不当，很可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒及损坏贵重仪器等事故。为了避免事故发生，对自己、他人的人身安全和国家的财产负责，确保实验的顺利进行，学生除了严格按规程进行操作外，还必须熟悉各种仪器、药品的性能及一般事故的处理方法等安全知识。

### 1. 实验室安全注意事项

(1) 实验开始前应按要求认真预习，仔细检查仪器是否完整无损，装置是否可靠稳妥，所取试剂是否正确无误。

(2) 实验进行时经常注意仪器有无漏气、碎裂，反应进行是否正常。凡可能发生危险的实验，应采取必要的防护措施，如戴防护眼镜等。

(3) 要小心用火。操作和处理易燃溶剂时，应远离火源，保持室内通风。严禁在室内吸烟、饮食及进行未经许可的实验。实验结束后要洗手。

(4) 熟悉消防器材，如沙箱、灭火器及急救箱的放置地点和使用方法。

(5) 不能用湿手触摸电器，所用电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕后应切断电源。

### 2. 事故的预防

(1) 火灾的预防。实验中使用的有机溶剂大多数是易燃的，如乙醚、乙醇、石油醚、苯、汽油等，如操作不慎，易引起着火。为了防止事故的发生，必须注意以下几点：

在使用或处理易挥发或易燃溶剂时，应远离火源。在进行易燃物质实验时，应将附近的易燃品搬开，不能用烧杯或其他敞口容器盛放易燃品。易燃有机溶剂在室温时即具有较大的蒸气压，空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到一定极限时，遇有明火即发生燃烧爆炸。表 1.1 为常用易燃溶剂爆炸的极限值。

表 1.1 常用易燃溶剂爆炸极限值

名称	沸点/°C	闪燃点/°C	爆炸范围(体积/%)
甲醇	64.96	11	6.72~36.50
乙醇	78.5	12	3.28~18.95
乙醚	34.51	-45	1.85~36.5
丙酮	56.2	-17.5	2.55~12.80
苯	80.1	-11	1.41~7.10

使用易燃、易爆气体，如氢气、乙炔等时要保持室内空气畅通，严禁明火，并应防止一切火星的发生，如由于敲击、静电磨擦、马达炭刷或电器开关等所产生的火花。表 1.2 为易燃气体爆炸极限值。

表 1.2 易燃气体爆炸极限值

气体	空气中的含量(体积/%)
氢气 H <sub>2</sub>	4~7
一氧化碳 CO	12.50~74.20
氨 NH <sub>3</sub>	15~27
甲烷 CH <sub>4</sub>	4.5~13.1
乙炔 CH≡CH	2.5~80

蒸馏低沸点有机物时，装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因，稍冷后才能更换仪器。从蒸馏装置接受瓶出来的尾气的出口应远离火源，最好用橡皮管使尾气通入下水道。

回流或蒸馏液体时应加沸石，以防止液体过热暴沸而冲出。若加热后发现未加沸石，则应停止加热，待稍冷后才能加入沸石，否则，会因暴沸而引起火灾等事故。

不得把燃着的或者带有火星的火柴棒或纸条等乱抛乱掷，也不得丢在废液缸中。

(2) 爆炸的预防。在一些有机化学实验中由于反应过猛，仪器堵塞、违章操作使用易爆物都可引起爆炸。在有机化学实验室里一般预防爆炸的措施如下：

常压蒸馏或加热回流时，均不能在封闭系统内进行，并经常检查仪器部分有无堵塞现象，减压蒸馏时，不得使用不耐压的仪器，如锥形瓶等。

不能使易燃易爆的气体接近火源，如乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混时极为危险，可能会由一个火花而引起爆炸。

使用易爆物，如金属炔化物、苦味酸金属盐、过氧化物、重氮盐等或遇水易爆炸的物质，如钠、钾等，应严格按操作规范进行。

浓硝酸、高氯酸、氯酸钾和过氧化氢等氧化剂与有机物接触，极易引起爆炸，使用时应特别小心，切勿看错标签，加错药品。

⑤ 如遇瓶塞不易开启时，必须注意瓶内贮物的性质，切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞。

(3) 中毒的预防。有些化学药品可引起急性或慢性中毒。为了防止中毒，除了保持室内通风，勤洗手外，还要注意下列几点：

称量任何化学药品都应使用角匙等工具，不得用手直接接触，更不能触及伤口。若药品沾在皮肤上应及时冲洗干净。

有些有毒物质会渗入皮肤，因此在接触液体或固体有毒物质时，必须戴橡皮手套，切勿让毒品沾及五官或伤口。

在反应过程中可能产生有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行。

盛存有毒药品的仪器，用过后应立即采取适当的方法洗净。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理，不准乱丢。

### 1.3 处理事故的一般常识

不论自己或他人万一发生事故，也不论事故的大小和后果如何，都一定要保持镇静，千万不要惊慌失措，以免事故扩大或引起“连锁事故”。下面对一些常见事故的处理方法作一介绍。

#### 1. 火灾

实验过程中一旦着火，必须保持冷静。应立即从现场移去任何可燃性的容器并关闭室内总电闸。如火势小，可盖上湿抹布或拖把。如在小器皿内着火，可盖上石棉板使之隔绝空气而熄灭，绝不能用口吹，通常不能用水灭火。如火势较大或是油类着火，要用砂或灭火器灭火。如果电器着火，必须先切断电源，然后才能用二氧化碳或四氯化碳灭火器去灭火，（注意：四氯化碳蒸气有毒，在空气不流通的地方使用有危险！）因为这些灭火剂不导电。绝不能用水或泡沫灭火器去灭火。如果衣服着火，应赶快脱下衣服，千万不能在实验室乱跑，情况紧急时也可立即在地上打滚，用防火毯包住，直至灭火。

总之，当失火时，应根据起火的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。

#### 2. 化学药品灼伤

**酸** 立即用大量水洗 再以 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗，最后用水洗。严重时要消毒，擦干后涂烫伤油膏。

**碱** 立即用大量水洗 再以 1%~2% 硼酸液洗，最后用水洗。严重时同上处理。

**溴**：立即用大量水洗，再用酒精擦至无溴液存在为止，然后涂上甘油或烫伤油膏。

**钠**：可见的小块钠用镊子移去，其余与碱灼伤处理相同。

#### 3. 外伤出血

首先应用蒸馏水或淡硼酸水洗涤伤口，剔除玻璃屑或其他异物，然后涂沫红汞或其他消炎药物，必要时进行包扎。若严重出血，则应在伤口上部扎以止血带，然后再去求医。

#### 4. 试剂或异物溅入眼内

任何情况下都要先洗涤，急救后送医院。

**酸** 用大量水洗 再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

**碱** 用大量水洗 再用 1% 硼酸溶液洗。

**溴** 用大量水洗 再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

**玻璃**：用镊子移去碎玻璃，或在盆中用水洗，切勿用手擦揉。

## 1.4 化学药品的保存及废料的销毁

### 1. 化学药品的保存

为了保存实验室中所使用的化学药品，通常都是用具塞玻璃瓶子。装固体物质应采用广口瓶，液体物质则用细口瓶，如果某些化合物要与玻璃起作用（如氢氟酸），则要用塑料瓶。碱金属应浸在煤油中，而白磷则应浸在水下保存。对光线敏感的物质应保存在棕色瓶中。在任何情况下，都不能把药品分装在这些通常用来存放食品或饮料的容器内。

对于毒品，如氢氰酸和它的盐、砷和它的化合物、大多数生物碱等，都应有专人保管，并锁柜保存。做到用多少，领多少，在实验中必须遵守操作规程。

所有试剂瓶都应贴上标签，标签必须清楚、耐久。标签的纸质要好，并用碳素墨水或墨汁标记。为了耐久起见，当标签贴在试剂瓶上后，可以覆盖上透明胶带纸，或涂上一层石蜡。不要在旧标签上再覆盖上新标签，因为上面的标签一旦脱落，会引起试剂的混淆。标签被破坏后，应及时更换，以免出现事故。

### 2. 实验废弃物的销毁

碎玻璃和其他棱角锋利的废料不能丢进废液桶内，应将它们收集于特殊的废品箱内，统一处理。能放出有毒气体的或能自燃的危险废料（如磷、碱金属等）不能丢进废品箱内，也不能排进下水道；也不能将不溶于或难溶于水的废弃化学药品排进下水道中，必须将这些废料放在规定的适当地方统一处理。将能溶于水的、可燃的或有腐蚀性的少剂量液体倾倒入下水道中，但应当马上用水冲洗掉。

## 1.5 有机化学实验常用仪器和设备及其应用范围

### 1. 常用玻璃仪器

实验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。

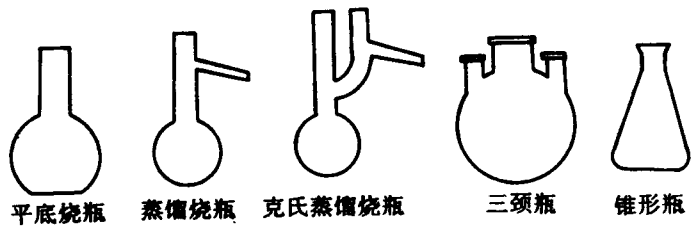
(1) 普通玻璃仪器。目前绝大部分高校中这类仪器已被标准磨口仪器取代，但有时它们还有一定用途，因此仍作简单介绍。见图 1.1。

(2) 标准磨口玻璃仪器具有标准化、使用方便和系列化的特点。见图 1.2。由于仪器容量大小不一，有不同编号，常用的标准磨口有 10,12,14,19,24,29 等数种型号，这里的编号是指磨口最大端直径的毫米数。相同编号的内外磨口仪器可以相互紧密连接，而不同编号则不能直接连接，但可以通过大小口接头，使它们彼此连接起来。使用磨口仪器应注意以下几点：

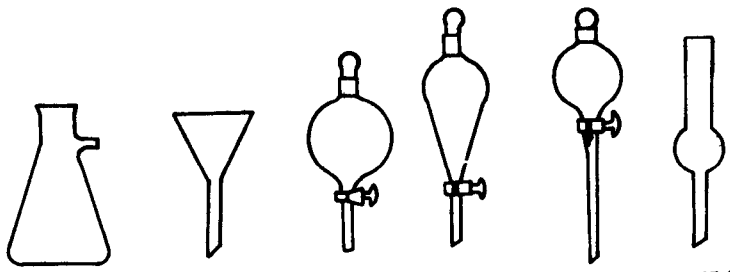
磨口处必须保持洁净，若粘有固体物质，导致接口处漏气，会损坏磨口。

使用磨口仪器时一般不需涂润滑剂，但若反应物中有强碱，则涂点润滑剂以防粘结。减压蒸馏时也要涂一些真空脂类的润滑剂。

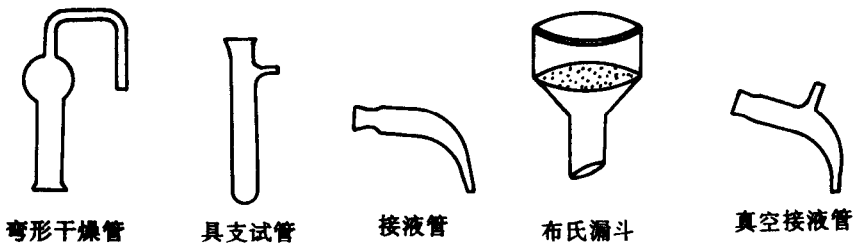
用后应立即拆卸清洗，以防磨口长期连接使磨口粘结而难以拆开。



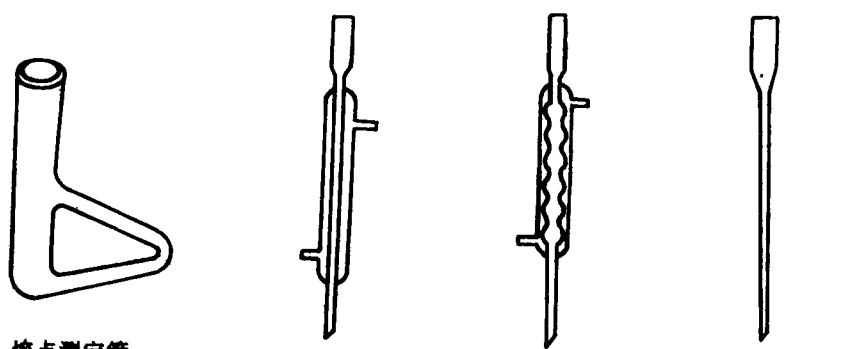
平底烧瓶 蒸馏烧瓶 克氏蒸馏烧瓶 三颈瓶 锥形瓶



吸滤瓶 玻璃漏斗 球形分液漏斗 梨形分液漏斗 滴液漏斗 干燥管



弯形干燥管 具支试管 接液管 布氏漏斗 真空接液管



熔点测定管 (Thiele管) 直形冷凝管 球形冷凝管 空气冷凝管

图 1.1 普通玻璃仪器

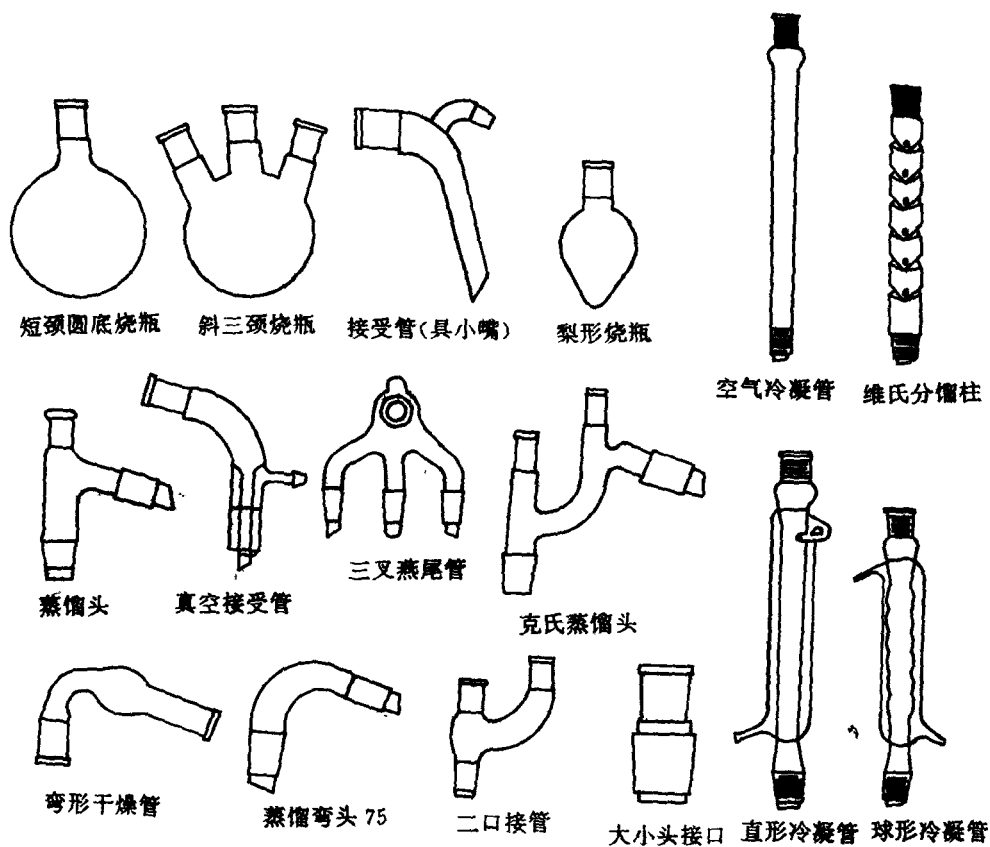


图 1.2 标准磨口玻璃仪器

使用玻璃仪器时必须注意：

玻璃仪器易碎，使用时要轻拿轻放。

玻璃仪器中除烧杯、烧瓶和试管外都不能直接用火加热。

锥形瓶、平底烧瓶不耐压，不能用于减压系统。

带活塞的玻璃器皿如分液漏斗、滴液漏斗洗净后在活塞和磨口间垫上小纸片，以防止粘结。

⑤ 温度计测量的温度范围不得超出其刻度范围，也不能把温度计当搅拌棒使用。温度计用后应缓慢冷却，不能立即用冷水冲洗，以免炸裂或汞柱断线。

## 2. 金属用具

金属用具一般不能沾上腐蚀性药品，使用完毕应擦干净。常用的金属用具具有：铁夹、铁架台、铁圈、三脚架、水浴锅、热水漏斗、镊子、剪刀、三角锉刀、打孔器、不锈钢刮刀、升降台等。

## 3. 常用设备

(1) 电吹风。实验室中使用的电吹风应可吹冷风和热风，供薄层层析点样及玻璃仪器干燥

之用。电吹风宜放在干燥处，防潮、防腐蚀，应定期加油润滑。

(2) 调压变压器。调压变压器是调节电源电压的一种装置，常用于调节电炉的温度和调整电动搅拌器的转速等。使用时应注意：

电源和导线连接位置切勿接错，变压器应接地；

调节旋钮时应当均匀缓慢，防止因剧烈磨擦而引起火花及炭刷受损；

不能长期过载，以防烧毁；

使用完毕应将旋钮调回零位，并切断电源。

(3) 电加热套。它是由玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器（如图 1.3 所示）。加热和蒸馏易燃有机物时，由于它不是明火，因此具有不易引起着火的特点，热效率也高，加热温度用调压器控制。恒温电加热套，可以自动控温，最高加热温度可达  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，电加热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配，从  $50\text{ mL}$  起，各种规格均有。电加热套主要用作回流加热的热源。

(4) 电动搅拌器。如果是非均相反应，或反应之一需要逐渐滴加时，为了尽可能使其迅速均匀地混合，以避免因局部过浓、过热而导致其他副反应发生或有机物的分解；有时反应产物是固体，如不搅拌将影响反应顺利进行。在这些情况下均需进行搅拌操作。

电动搅拌器一般适用于固液反应中，但不适用于过粘的胶状液体，若超负荷使用容易发热而烧毁。使用时必须接地线。

(5) 磁力搅拌器。磁力搅拌器由一根以玻璃或塑料密封的软铁和一个可旋转的磁铁组成。将软铁投入盛有欲搅拌的反应容器中，将容器置于内有旋转磁场的搅拌器托盘上，接通电源，由于内部磁场不断旋转变换，容器内的软铁亦随之旋转，达到搅拌的目的。一般的磁力搅拌器（如 681 型磁力搅拌器）都有控制磁铁转速的旋钮及可控制温度的加热装置。

(6) 烘箱。烘箱用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性和加热时不分解的药品。挥发性和易燃的物质，或者刚用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器，切勿放入烘箱内，以免发生意外事故。

烘箱接上电源即可开启加热开关，再旋转调温旋钮，烘箱内即开始升温，指示灯发亮。当温度升至工作温度时（可由烘箱顶上温度计得知），指示灯熄灭。指示灯明暗交替时的温度即为恒温点。干燥玻璃仪器时应先沥干，无水滴下时才放入烘箱，升温加热，将温度控制在  $100\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右。若有鼓风机，可开启鼓风机开关，使鼓风机工作。实验室中的烘箱是公用仪器，往烘箱里放玻璃仪器时应自上而下依次放入，以免残留的水滴流下使下层烘热的玻璃仪器炸裂。

(7) 台称。在有机实验室中，常用于称量物体的仪器是台称。小台称（图 1.4），一般的称量范围是  $100\text{ g}$ ，能称准到  $0.1\text{ g}$ 。台称的左边秤盘放置被称量的物体，右边秤盘放砝码。称重前，若杠杆支点处指针倾斜，表示两臂不平衡，可调节两端的平衡螺丝，使指针指向标尺

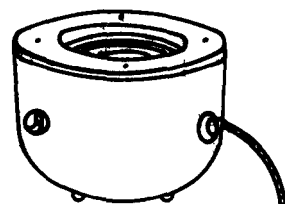


图 1.3 电加热套

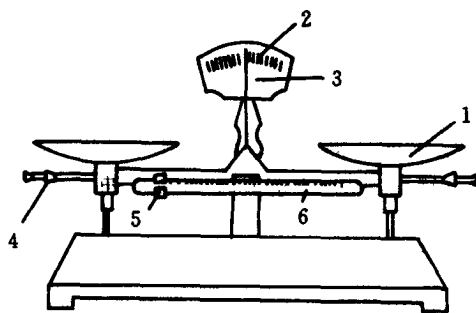


图 1.4 台称

1. 秤盘 2. 标尺 3. 指针 4. 平衡螺丝  
5. 游码 6. 游码尺

中央。台称用毕，应将砝码放回盒中，并将游码复原到刻度零处。

台称应保持清洁，所称物体不宜直接放在盘上，而应放在烧杯或称量纸上进行称量。

(8) 扭力天平。在进行半微量制备时，因普通台称的灵敏度不够，可使用扭力天平。扭力天平可准确到 0.01 g。使用前先调节底脚螺丝使左右平衡。

(9) 钢瓶。钢瓶又称高压气瓶，是一种在加压下贮存或运送气体的容器，应用较广。但有时由于使用不当将会发生重大事故。若要使用钢瓶，事先应征得指导教师许可，按要求使用。为了防止各种钢瓶在充装气体时混用，全国统一规定了瓶身、横条以及标字的颜色。现将常用的几种钢瓶的标色列于表 1.3。

表 1.3 常用钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色
氮气	黑	棕	黄
空气	黑	/	白
氧气	天蓝	/	黑
氢气	深绿	红	红
二氧化碳	黑	/	黄
氯气	草绿	白	白
氨气	黄	/	黑
其他一切可燃气体	红	/	白
其他一切不可燃气体	黑	/	黄

(10) 减压表。使用钢瓶要用减压表。减压表是由指示钢瓶压力的总压力表、控制压力的减压阀和减压后的分压力表三部分组成。先将减压阀旋到最松位置（即关闭状态），然后打开钢瓶的气阀门，瓶内的气压即在总压力表上显示。慢慢旋紧减压阀，使分压力表上达到所需压力。用毕，应先关紧钢瓶的气阀门，待总压力表和分压力表的指针复原到零时，再旋松减压阀。

## 1.6 仪器的洗涤和干燥

### 1. 仪器的清洗

仪器应经常保持洁净，要养成仪器使用完毕立即清洗干净的习惯。仪器用后立即清洗，不但容易洗刷，而且由于了解污物的成因和性质，便于采取合适的方法除去。例如碱性残渣和酸性残渣，可以分别用酸和碱液处理，就容易把残渣洗去。

在有机化学实验中最简单而常用的清洗玻璃仪器的方法是用湿润的长柄毛刷蘸上肥皂粉或去污粉，刷洗湿润的器皿，直至所清洗玻璃表面的污物除去为止，最后再用清水清洗，当仪器倒置，器壁不挂水珠时，即已洗净。若用于精制产品，或供有机分析用的仪器，则尚须用蒸馏水

摇洗，以除去自来水冲洗时带入的杂质。洗刷时应注意既不能用秃顶毛刷，也不能用力过猛，否则会戳破仪器。焦油状物质和炭化残渣，可用铬酸洗液洗涤。

铬酸洗液的配制方法：在一个 250 mL 烧杯中 将 5 g 重铬酸钠溶于 5 mL 水中 在搅拌下慢慢加入 100 mL 浓硫酸。加浓硫酸过程中，混合液的温度将会升高，待混合液冷却到 40 左右时，倒入干燥的细口试剂瓶中储存起来。铬酸洗液呈红棕色，经长期使用变成绿色时，即失效。铬酸洗液是强酸和强氧化剂，腐蚀性强，使用时应注意安全。

在使用铬酸洗液前，应把仪器上的污物，特别是还原性残渣，尽量洗净，水也要尽量倒干，然后缓缓倒入洗液，放置几分钟，并不断转动仪器，使洗液能充分浸润污物，把多余的洗液倒回原来的瓶中。然后用少量水振荡后倒入废液缸中，最后用清水冲洗干净。若污物为炭化残渣，则需加少量洗液或浓硝酸，把残渣浸泡几分钟，再用小火加热，直至洗液冒气泡为止。最后按上面方法清洗干净。

## 2. 仪器的干燥

在有机化学实验中，往往需要使用干燥的仪器，所以在仪器洗干净后，还应进行干燥。下面介绍几种简单的干燥仪器的方法：

(1) 晾干。晾干就是将清洗干净的玻璃仪器倒置，如烧杯倒置在柜内，锥形瓶和量筒等可倒套在试管架的小木柱上。这样经过一段时间后仪器就干燥了。

(2) 放在烘箱中烘干。烘箱的温度一般控制在 100~120 °C 之间。仪器放入时，口应朝上。若仪器口朝下，烘干的仪器虽可无水渍，但由于从仪器内流出来的水珠滴到别的已烘热的仪器上会引起后者炸裂。千万注意，别让烘得很热的仪器骤然碰到冷水或冷的金属表面，以免爆裂。分液漏斗和滴液漏斗，则必须在取下盖子和活塞后才能放入烘箱烘。

(3) 用热空气烘干。通常用电风吹干仪器。此外，也可用热空气浴来烘干仪器，即把仪器放在二层隔开的石棉铁丝网上层（两层间相隔约 100 mm）仪器口朝上 用煤气灯或酒精灯加热下层石棉铁丝网。注意仪器不能用直火烤干或铁丝网上加热烘干，以免仪器破裂。

(4) 用有机溶剂干燥。体积小仪器急需干燥时，可采用此法。将洗净的仪器尽量倒干水，先用少量酒精洗涤一次，再用少量丙酮洗涤，最后用空气（不必加热）吹干即可。

## 1.7 加热和冷却

### 1. 加热

有机实验常常需要加热，下面介绍几种较常用的加热方法：

(1) 直接加热。使盛在容器中的物料直接从热源得到热量的加热方法，叫做直接加热，亦叫直火加热。如果物料盛在玻璃容器如烧杯、烧瓶等中，则需在热源与容器之间加一铁丝网或石棉铁丝网，以保护容器。

直接加热的优点是升温快，热度高；缺点是器皿受热不均匀，温度不易控制，容器（特别是玻璃容器）容易破裂，物料也可能由于局部过热而分解。

减压蒸馏或加热低沸点和易燃物料，都不宜用直火加热。

(2) 水浴加热。加热温度在 80 °C 以下时 可将容器浸入水浴中 注意 勿使容器触及水浴

底部)小心加热,以保持所需之温度。如果需要加热到 100 °C 时,可用沸水浴或蒸汽浴。

(3) 油浴加热。加热温度在 100~250 °C 之间,可用油浴。容器内反应物的温度一般要比油浴温度低 20 °C 左右。

常用的油类有液体石蜡、豆油、棉籽油、硬化油(如氢化棉籽油)等。植物油如棉籽油等加热到 220 °C,往往有一部分分解冒烟,所以加热温度不超过 200 °C 为宜,液体石蜡则可加热到 220 °C 左右,温度过高虽不分解,但易燃烧。硬化油可加热到 250 °C 左右。

用油浴加热时,特别要注意防火。当油的冒烟情况严重时,应停止加热,油浴中应悬挂温度计,以便随时调节火焰以控制油温。

水浴和油浴的优点是受热均匀,容易控制,比较安全。但若需要更高温度,则需用沙浴。

(4) 沙浴加热。沙浴使用方便,可加热到 350 °C。将清洁而又干燥的细沙平铺在铁盘上,盛有液体的容器埋入沙中,容器底部的沙层要薄一点,便于容器受热;容器周围的沙要厚一点,使热不易散失。沙浴的缺点是沙对热的传导能力较差,温度分布不均匀,散热较快,不易控制。

(5) 电加热套加热。电加热套可以提供 100 °C 以上的温度如 1.3 所示。它由嵌有电热线圈的纤维毯子所组成。这种毯子可以密切地贴合在烧瓶的周围,因而加热较为均匀,加热的温度由可调变压器控制。电加热套加热迅速、使用安全。但必须注意不可用来加热空烧瓶,否则会烧坏加热套。

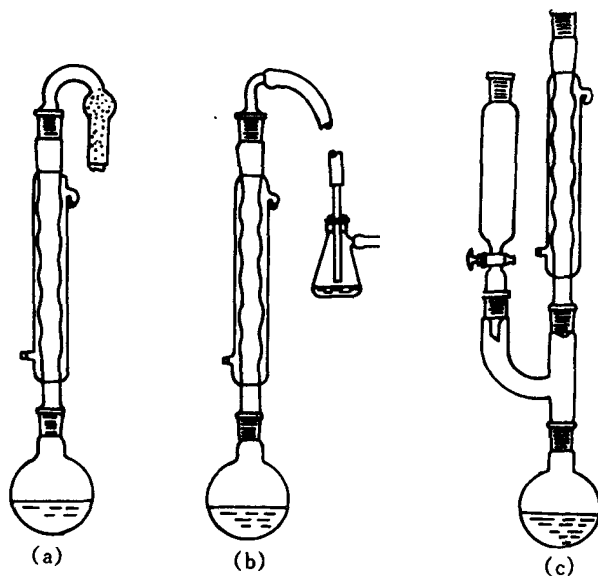


图 1.5 回流装置

(6) 回流加热。当需要长时间加热反应物时,为防止反应物或溶剂蒸发损失,可采用回流加热。回流加热的装置见图 1.5。将冷凝管与加热瓶连接,通过冷凝管外套循环的冷水冷却,使蒸气冷凝,滴回加热瓶中。

无论采用何种加热方法,如果液体中不存在空气,容器壁又光滑洁净,就很难形成气化中心,这样,即使液体的温度超过沸点也难沸腾,会产生过热现象。过热液体一旦沸腾,大量的气泡便会剧烈冲出,此即“暴沸”。因此,在蒸馏或回流加热时,都应在液体中加入少许沸石。沸石的作用就是防止暴沸的发生。沸石是一种多孔性材料,受热时,便会从沸石孔隙中产生一连串

小气泡，形成许多气化中心，使液体均匀沸腾。

使用沸石时应注意：

先投入沸石，后加入液体。切忌在加热液体的过程中添加沸石，否则会由于沸石急剧地释放出大量的气泡而引起暴沸，使液体冲出容器。

一旦中途停止加热，液体就会进入沸石空隙，使其失去防止暴沸作用，因此须重新添加沸石。

在搅拌下的加热不必加沸石，因搅拌器起到像沸石那样的作用。一端封口的毛细管、短玻璃管、不规则的碎玻璃等，有时也可代替沸石使用。

## 2. 冷却

有的反应必须在低温下进行，有些操作需要除去过剩的热量，蒸馏时要使蒸气冷凝，重结晶时要使固体溶质析出。在诸如此类的情况下，都要进行冷却操作。

除了自然冷却外，最常用的冷却剂是水，因为水不但便宜而且比热大，热交换效果好，操作方便。将水通入冷凝管外套和把盛有反应物的容器浸在冷水中等方法，都可达到冷却的目的，但这种冷却只能将物体冷到室温。若需冷却到室温以下，则可用冰或冰水。若需冷到 0 以下，则可用食盐和碎冰的混合物。若需要更低的温度（如  $< -10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）则需使用特殊的冷却剂。冰屑和一些试剂的混合物，常可在短时间内达到很低的温度，常见的冰盐冷却剂见表 1.4。

表 1.4 冰盐冷却剂

盐类	100 g 冰屑中加入盐的重量/g	混合物能达到的最低温度/ $^{\circ}\text{C}$
$\text{NH}_4\text{Cl}$	25	-15
$\text{NaNO}_3$	50	-18
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	100	-29
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	143	-55
$\text{NaCl}$	33	-21

## 1.8 简单玻璃工具的制作

使用普通玻璃仪器进行实验时，仪器与仪器之间一般需要通过塞子、玻璃管或橡皮管把它们彼此连接起来，因此塞子的选择、打孔以及玻璃管切割、弯制和滴管、毛细管等的制作都是有机化学实验中最基本的操作。

### 1. 塞子的配置和打孔

实验中常用的塞子有软木塞和橡皮塞两种。软木塞的优点是不易与有机化合物作用，但易漏气 易被酸、碱腐蚀 而橡皮塞不漏气 不易被酸、碱腐蚀 但易受有机化合物侵蚀和溶胀。

(1) 塞子的选择。选择塞子的大小应与仪器的口径相适应，一般要求塞子入仪器颈部部分

为塞子本身高度的  $1/2 \sim 2/3$ 。选用软木塞时，表面不应有深孔和裂纹。使用前要经过滚压，滚压后软木塞的大小同样应以塞入颈口  $1/2 \sim 2/3$  为宜。

(2) 打孔。塞子打孔要与所插入孔内的玻璃管、温度计等的直径相适宜，要紧密配合，以免漏气。

打孔用的工具称打孔器，选择打孔器的大小应视软木塞、橡皮塞不同而异。软木塞打孔选用打孔器的直径应比被插入管子的直径略小些；橡皮塞打孔要选用比被插入管子的外径稍大些的打孔器，因橡皮塞有较大的弹性。

温度计或玻璃管插入塞子时，可用水或甘油润湿，一手拿住塞子，另一手捏住玻璃管或温度计，捏的位置要离插入口近些，一般为  $2 \sim 3 \text{ cm}$ ，稍用力旋转插入塞内。

## 2. 玻璃管截断与圆口

(1) 选取玻璃管一根，平放在垫板上，一手紧握玻璃管，另一手持锉刀，将锉刀锋利的边沿放在欲截断处，然后在与玻璃管垂直的方向用力向内或向外划一下（不能来回拉锯），在“划”的同时，将玻璃管略微朝相反方向转动，这时在玻璃管上应出现一条明显的细直锉痕。若锉痕不明显，可在原线条上再按上述方法锉一次。

(2) 双手持起玻璃管，用两拇指抵住锉痕的背面，其余手指持住玻璃管，用力向外一折，玻璃管就从切痕断开（见图 1.6），切口应当平整才合要求。

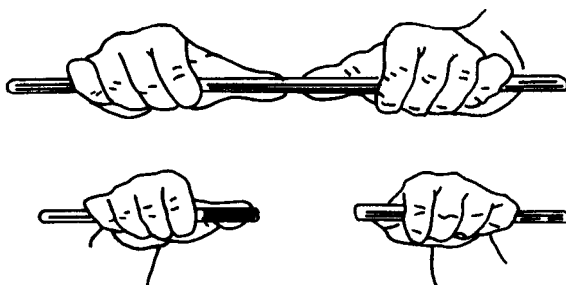


图 1.6 玻璃管的截断

(3) 已切断的玻璃管，切口很锋利，需要烧圆。将断口的一端放到喷灯火焰的边缘，不断转动，直到断口发黄为止。被烧圆的断口应不发生任何变形。

## 3. 弯玻璃管

先取适当长度的干净玻璃管一根，在酒精灯（或喷灯）上加热玻璃管适当软化（尚不会自动变形）时，迅速离开火焰，然后轻轻地向下弯曲至所需角度。如果玻璃管要弯成较小的角度，可以分几次弯成，以免一次弯得过多，使弯曲部分发生瘪陷和纠结。分次弯管时，各次的加热部位应稍有移动。玻璃管弯曲部分的厚度和粗细须保持均匀（见图 1.7）。

## 4. 滴管和毛细管的制作

选取适当长度的干净玻璃管一根，先将两端烧圆，冷却后，手持玻璃管的两端，将中间部分放入喷灯火焰中加热，先用小火，后用强火。加热时要不断地朝一个方向慢慢地转动，使其受热