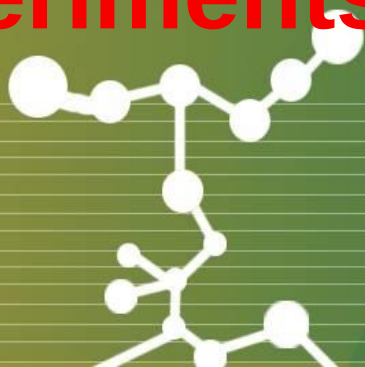


有机化学实验

(第四版)

高职高专化学教材编写组 编

Organic Chemistry
Experiments



 高等教育出版社

有机化学实验的目的

有机化学实验室规则

实验室的安全、事故处理和急救

有机化学实验常用仪器及装置



有机化学实验的目的

有机化学是一门以实验为基础，理论性和实践性并重的课程。有机化学的发展同有机化合物的合成、分离提纯、鉴定等实验研究紧密相连。正是在大量实验研究的基础上，建立了有机化学的理论，形成了有机化学学科。因此，有机化学实验与有机化学理论教学是相互配合的，它也是有机化学教学的重要组成部分。高职高专有机化学实验教学的主要目的是：

1. 学习在实验室里合成、分离提纯有机化合物的常用方法和基本操作，掌握基本的有机化学实验技术，并培养具备灵活运用这些技术的能力。
2. 培养良好的实验习惯和科学、严谨的工作作风，以及分析问题和解决问题的能力。
3. 培养观察、推理能力，以及由实验素材总结系统理论的思维方法。



有机化学实验室规则

为培养学生良好的实验方法和科学素质,保证有机化学实验正常、有效、安全地进行,保证教学质量,学生必须遵守下列规则:

1. 进入有机化学实验室前,必须仔细阅读本书 § 1-1 至 § 1-3 的内容,了解实验室的注意事项、有关规定以及事故处理办法和急救常识。
2. 每次实验前,必须认真预习,写好预习报告。没有达到预习要求者,不得进行实验。每次实验装置装配完毕后,均应经指导教师检查,确认合格后方可开始操作。若要改变实验方案,必须事先征得指导教师同意。实验中,应认真操作,仔细观察,



实验现象和实验数据，不得擅自离开实验岗位。合成实验完成后，应计算产率，并将产物贴好标签后交给指导教师。实验后，应按时写出符合规范的实验报告。

3. 实验仪器放置要整齐有序，并保持实验环境(桌面、地面等)的整洁。不得将固体物或腐蚀性的液体倒入水槽，以保持水流畅通。实验后留下的有机物应倒入指定的收集器内；废酸、废碱应倒入废液缸中；废纸等应投入废纸篓中；废玻璃管和塞子应放在指定的地点，以备回收和处理。

实验室规则



4. 实验室内不准吸烟、吃食物、不得穿背心、拖鞋进实验室、保持实验室的安静,不得大声喧哗、丢弃废玻璃器具时不要发出大的声响、实验结束后必须洗手。
5. 爱护国家财产,正确使用仪器与设备,公用仪器及器械用后应放回原处、损坏仪器应及时填写破损单,并按学校的规定处理后及时补齐、节约使用试剂和物品,注意有关物品的回收。
6. 实验结束后,把玻璃仪器洗净备用,并做好实验室的清洁工作、离开实验室时,应把桌上的水、电、煤气开关关闭。

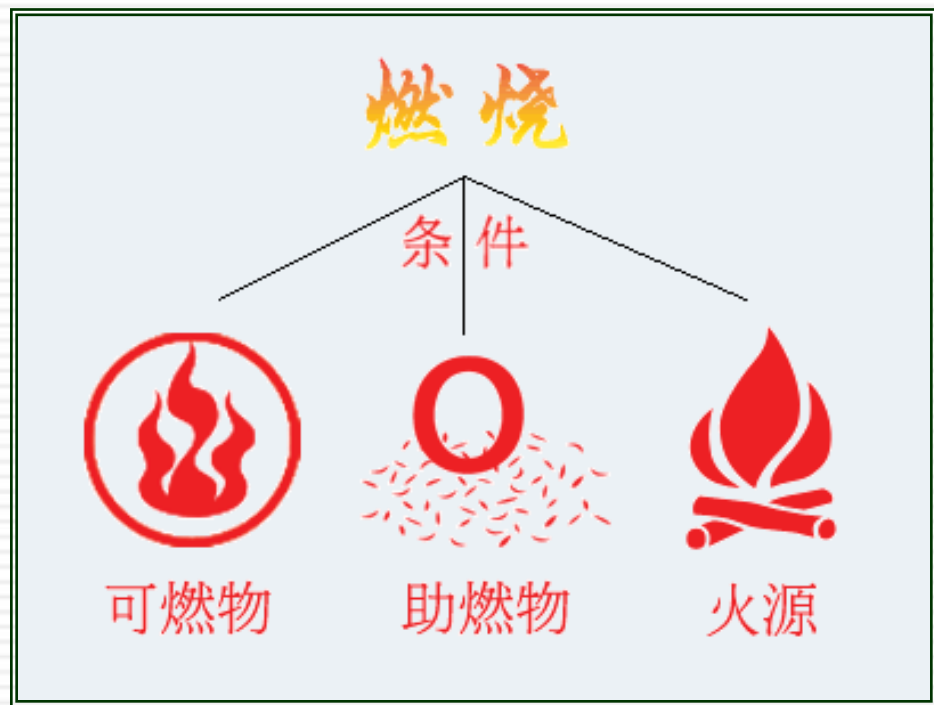
实验室规则



实验室的安全、事故处理和急救

一、防火

防火就是防止意外燃烧。燃烧是一种伴有发热和发光的剧烈氧化反应，它必须同时具备下列三个条件：**可燃物**、**助燃物**（如空气中的氧气）和**火源**（如明火、火花、灼热的物体等），三者缺一不可。控制或消除已经产生的燃烧条件，就可以控制或防止火灾。



有机化学实验室常用的一些有机试剂和溶剂，它们的闪点很低，许多都属于一级易燃液体。

闪点是液体表面上的蒸气和周围空气的混合物与火接触，初次出现蓝色火焰闪光时的温度。它是表征液体可燃性的一个重要指标。显然，闪点越低，越容易发生燃烧。按我国规定，凡是闪点在 45°C 以下的液体，都属于易燃液体，其中闪点在 28°C 以下的，称为一级易燃液体，在 $28.1\sim 45^{\circ}\text{C}$ 的称为二级易燃液体，某些有机物的闪点和沸点见下表。

某些有机物的闪点和沸点

名称	闪点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	名称	闪点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$
乙醚	-45	34.8	苯	-11	80.1
乙醛	-38	20.8	环己烷	-6	80.7
二硫化碳	-30	46.5	甲醇	11	64.8
丙酮	-18	56.5	乙醇	12	78.4
石油醚	-17	40~80			



实验操作中, 应防止有机物蒸气泄漏出来。若要进行除去溶剂的操作, 则必须在通风橱里进行。最后还应注意, 不要把这些废弃液体倒入废液缸中。

有机化学实验室常用的明火源是煤气灯火焰和非封闭的电炉, 它们都应远离易燃液体, 远离盛有有机物的器具。此外还应注意, 不要把未熄灭的火柴梗乱丢, 不要在充满有机物蒸气的实验室里(这种情况常发生在物料泄漏时)启动没有防爆设施的电器, 以免引燃(爆。对于易发生自燃的物质(例如加氢反应用的催化剂雷内镍(Raney Ni))及沾有它们的滤纸, 不能随意丢弃, 以免造成新的火源, 引起火灾。





发现烘箱有异味或冒烟时，应迅速切断电源，使其慢慢降温，并准备好灭火器备用。千万不要急于打开烘箱门，以免突然供入空气助燃(爆)，引起火灾。

实验室万一起火，首先不要惊慌失措，要立即关闭煤气及电源开关，然后设法灭火。当装有可燃性物质的器皿着火时，可用石棉布、表面皿、大烧杯等将其盖住，使之与空气隔绝而灭火。当衣服着火时，千万不要奔跑，可用灭火毯裹住身体灭火；或者迅速脱下衣服，或者人在地上打滚以扑灭火焰。火灾发生时，应迅速就近用黄沙、灭火器等灭火，一般不用水来灭火。



有机化学实验室常用的灭火器是二氧化碳灭火器，它对扑灭轻微的火灾最为有效，而且也不损坏仪器。但它不能用来扑灭钠、钾、镁等金属及其氢化物引起的火灾。在使用二氧化碳灭火器时，应注意不要被喷出的二氧化碳冻伤。

为了保证安全，有机化学实验室应备有黄沙、石棉布、灭火器等灭火用具，同时在学生实验前告诉学生灭火用具的安放位置和使用方法。



二、防止爆炸

物质发生变化的速度不断急剧增加,并在极短时间内放出大量能量的现象称为爆炸。有机化合物中的过氧化物、芳香族多硝基化合物、干燥的重氮盐、叠氮化物、重金属的炔化物、硝酸酯等均是易爆物品,在使用和操作时应特别注意。还有些有机化合物(例如乙醚、丙酮、二氧六环等),在存放时很容易产生过氧化物,后者的爆炸性极强,在蒸馏过程中会诱发爆炸。因此,在这些物质蒸馏前,必须认真检查有无过氧化物存在。若有过氧化物,可加入硫酸亚铁的酸性溶液予以除去。



即使这样，在蒸馏时也要注意，不要将物料蒸干。对于放热量很大的合成反应(例如硝化反应)，要小心地慢慢滴加物料，并注意冷却，同时，要防止因滴液漏斗的活塞漏液而造成事故。

氢气、乙炔、环氧乙烷等气体与空气混合达到一定比例时，会生成爆炸性混合物，遇明火即会爆炸。因此，使用上述物质时必须严禁明火。

实验时操作不当会引起玻璃仪器的爆裂。未经特殊加工的玻璃仪器是不耐压的，因此，在常压操作时，应注意系统与大气畅通；在减压操作时，不能使用不耐外压的玻璃仪器(例如平底烧瓶和锥形烧瓶等)。

三、防止中毒

有机化学实验中，许多试剂都是有毒的。有毒物质往往通过呼吸吸入、皮肤渗入、误食等方式导入而致中毒。实验中，涉及有毒的或刺激性强的气体的操作要在通风橱里进行。应当避免手直接接触化学品，尤其严禁手直接接触剧毒品。沾在皮肤上的有机物应当立即用大量清水和肥皂洗去，切莫用有机溶剂洗，否则只会增加化学药品渗入皮肤的速度。溅落在桌面或地面的有机物应及时清除除去。

必须经常检查煤气开关，防止煤气泄漏造成中毒。

四、急救常识



有机化学实验常用仪器及装置

一、玻璃仪器

化学实验用的玻璃仪器一般用钾玻璃制成，使用时应注意以下几点：

- ① 轻拿轻放；
- ② 厚壁玻璃如吸滤瓶不能加热；
- ③ 用灯焰加热玻璃仪器至少要垫上石棉网(试管除外)；
- ④ 平底仪器如平底烧瓶、锥形瓶不耐压，不能用于减压系统；
- ⑤ 广口容器不能贮放液体有机物；
- ⑥ 不能将温度计当作玻璃棒使用。

在进行有机化学实验时必须正确选用玻璃仪器。例如，长颈圆底烧瓶常用于水蒸气蒸馏实验；三口烧瓶适用于带机械搅拌的实验；而克氏蒸馏烧瓶则适用于减压蒸馏实验中。又如，直形冷凝管只适宜蒸馏沸点低于 140°C 的物质，当蒸馏物质的沸点高于 140°C 时，需使用空气冷凝管；至于球形冷凝管，由于其内管冷却面积较大，有较好的冷凝效果，适用于加热回流实验，但也不能冷却沸点高于 140°C 的物质。

分液漏斗常用于液体的萃取、洗涤和分离；滴液漏斗用于需将反应物逐滴加入反应器中的实验；布氏漏斗是瓷质的多孔板漏斗，在减压过滤时使用。小型多孔板漏斗用于减压过滤少量物质。

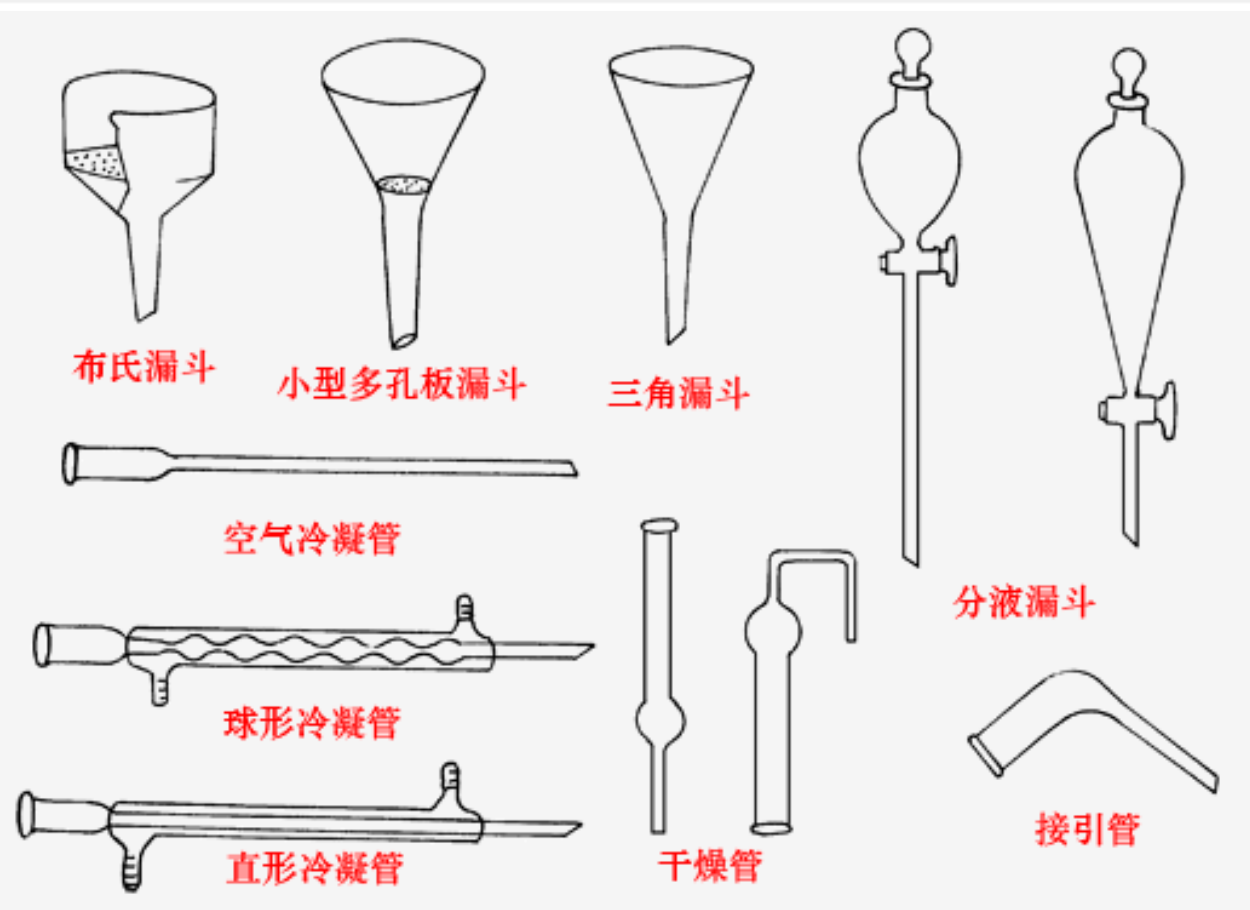


最常用的温度计是膨胀温度计，它有酒精和汞温度计两种。前者适用于测量 $0\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度范围，后者可测量 $-30\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。一般选用高出被测物质可达到的最高温度 $10\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度计比较合适。

常见的普通玻璃仪器如下图：

有机化学实验中还用烧杯、试管、量筒等，均从略。

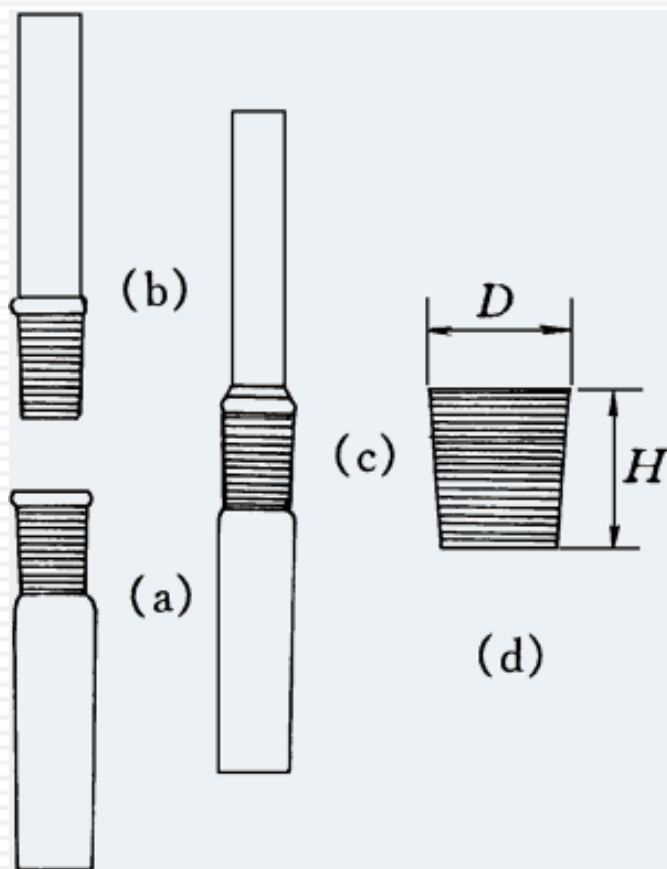




普通玻璃仪



标准磨口仪器是具有标准内磨口 [下图(a)] 或标准外磨口 [下图(b)] 的玻璃仪器。



标准磨口是按国际通用的技术标准制造的,我国已普遍生产和使用。由于玻璃仪器的容量及用途不同,标准磨口有不同的编号,如10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50等。这些编号是指磨口最大端的直径(单位: mm, 取最近的整数)。有时也用两个数字表示标准磨口的规格,如14/30表示磨口最大端直径D为14 mm, 磨口锥体长度H为30 mm [上图(d)]。相同编号的内、外磨口可以紧密连接 [上图(c)], 磨口编号不同的仪器无法直接连接,但可使用相应的不同编号的磨口接头使之连接。仪器的磨口应洁净,不能沾有固体物质,否则磨口不能紧密连接,甚至会损坏磨口。常用的标准磨口玻璃仪器如下图。





梨形烧瓶



圆底烧瓶



三口烧瓶



接头



直形冷凝管



空气冷凝管



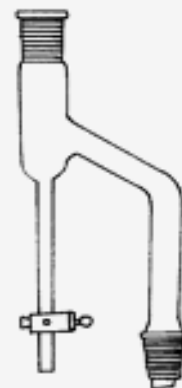
维氏分馏柱



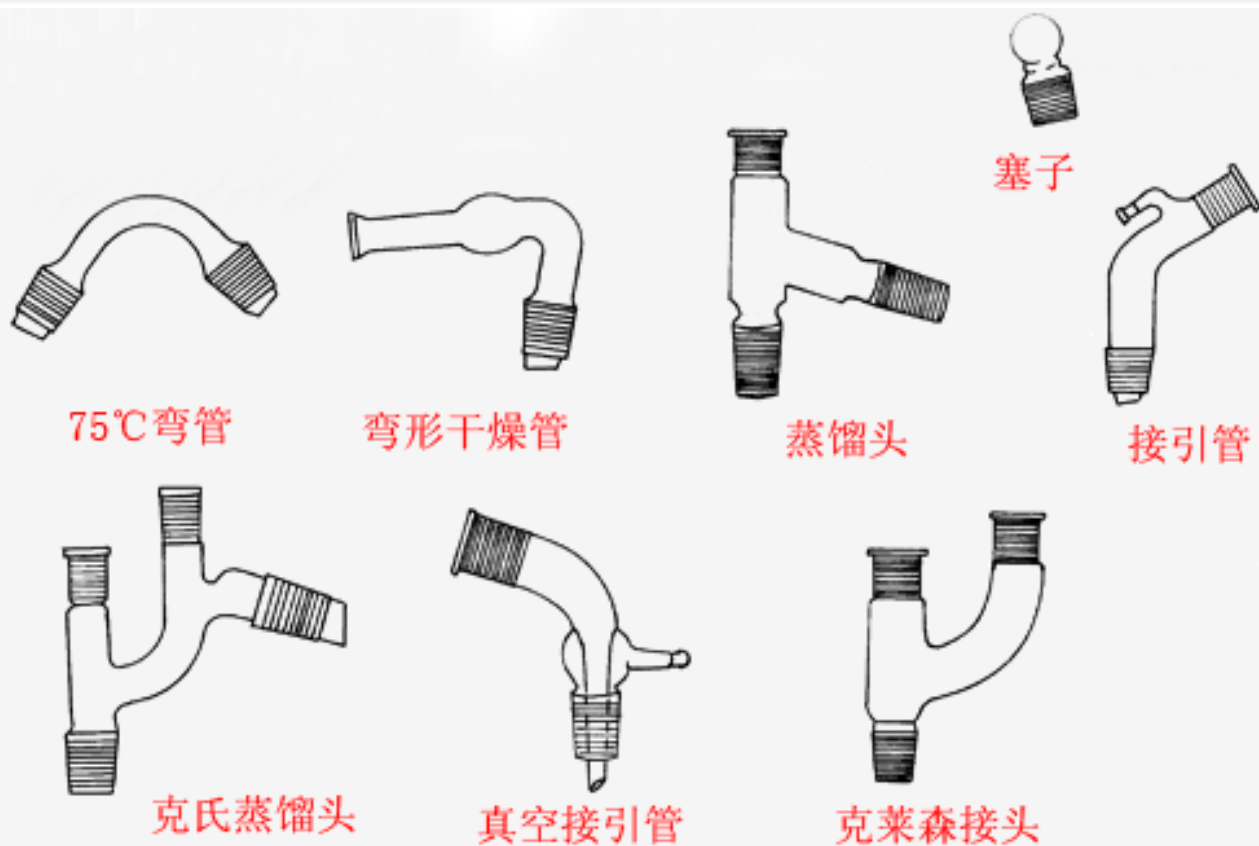
分液漏斗



恒压滴液漏斗



分水器



标准磨口玻璃仪器



二、玻璃仪器的洗涤、干燥和保养

进行化学实验必须使用洁净的玻璃仪器，以免由于仪器上的污物影响实验结果及产物的纯度。为及时处理实验残渣，应养成实验完毕立即洗净仪器的习惯。

洗涤仪器的方法很多，应根据实验要求、污物性质及污染程度选用。最简易的方法是用毛刷和去污粉擦洗，如在肥皂液里掺入一些去污粉，洗涤效果会更好(但要注意，切勿用去污粉擦洗磨口，以免损坏磨口)。然后用清水冲洗。仪器倒置，器壁不挂水珠，即为洗净。

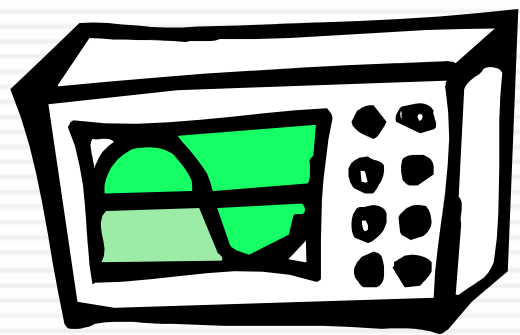
对于碱性或酸性残渣，可分别用酸或碱液处理后再用水洗净；对于碳化残渣，要用铬酸洗液洗后将洗液倒回原瓶，然后用水冲洗。铬酸洗液呈红棕色，它是强酸和强氧化剂，使用时要注意安全(使用前应把仪器上的污物尽量洗去，倒净水)，经长期使用的洗液变成绿色时即告失效。



有机化学实验往往需要使用干燥的玻璃仪器，故要养成实验完毕立即将玻璃仪器洗净、倒置晾干的习惯。除此之外，干燥玻璃仪器的方法还有以下几种：

1. 烘箱烘干

电烘箱温度一般控制在 $100\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间。采用此法干燥的仪器不能带有橡皮塞或软木塞；具有磨口玻璃塞的仪器，需取下塞子，然后将仪器中的水尽量倒出，使其口朝上放入烘箱。仪器烘干后，应使用坩埚钳将其取出，放在石棉板上任其冷却，切不可使很热的仪器沾上冷水，以免炸裂。有些仪器不宜采用此法干燥，如吸滤瓶、计量器皿及冷凝管等。



2.热空气浴烘干或热空气吹干

前一种方法可将仪器放在两层相隔约10 cm的石棉铁丝网上层,用煤气灯加热下层石棉铁丝网,控制上层石棉网上的温度低于 120°C ,以免仪器烘裂。后一种方法是用玻璃仪器气流干燥器或电吹风吹干,此法是由吹风器吹出经电加热后的空气进行干燥。

3.有机溶剂干燥

将洗净的仪器先用少量乙醇洗涤一次,再用少量丙酮洗涤,每次洗后的溶剂应倒入回收瓶中,最后用气流干燥器或电吹风(冷风)吹干。

洗净干燥的仪器应分开存放,有些不能分开存放的,如分液漏斗活塞则应在磨口间夹上纸片,以免日久粘结难于拆开。



三、常用装置

1. 回流冷凝装置

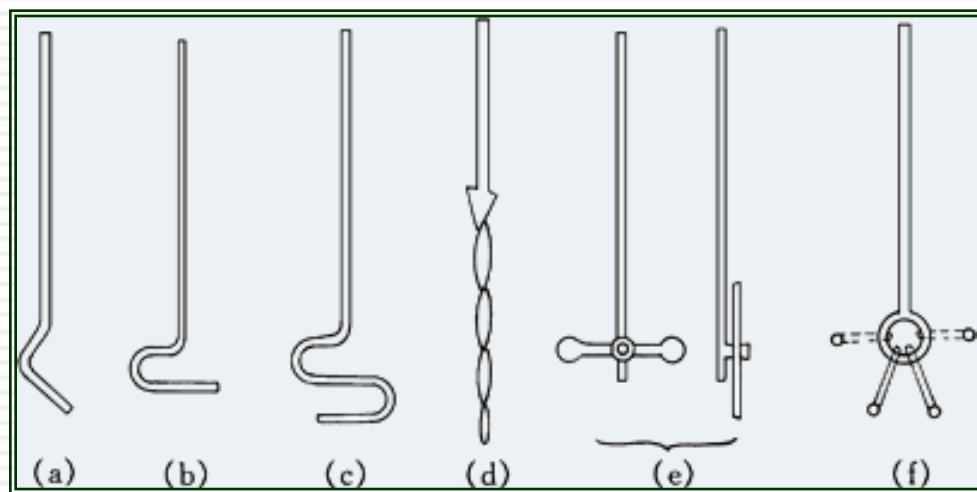
在上述各类回流冷凝装置中，球形冷凝管夹套中的冷却水自下而上流动。根据烧瓶内液体的特性和沸点的高低来选用水浴、油浴、石棉网等不同加热方式。在回流加热前，烧瓶内必须加入几粒沸石，以免暴沸。回流时应控制蒸气上升不超过冷凝管高度的 $\frac{1}{3}$ 。

2. 滴加和蒸出的反应装置及回流分水装置

3. 机械搅拌装置



实验室的搅拌装置一般由电动搅拌器、搅拌棒和密封装置组成。常见的搅拌棒如下图：市场上出售的有(e),(f)两种，其余各种可用圆和直的玻璃棒制成，其中(a)最常用。弯制时，选用的玻璃棒不宜太长，其下端在火焰上烧制成不同的式样，弯制的宽度既要考虑与烧瓶口相适应，同时不能与温度计相碰。弯好后，还需在弱火焰上烘烤退火，以克服其易碎裂的缺点。有时还可将末端压扁以增强搅拌力度。

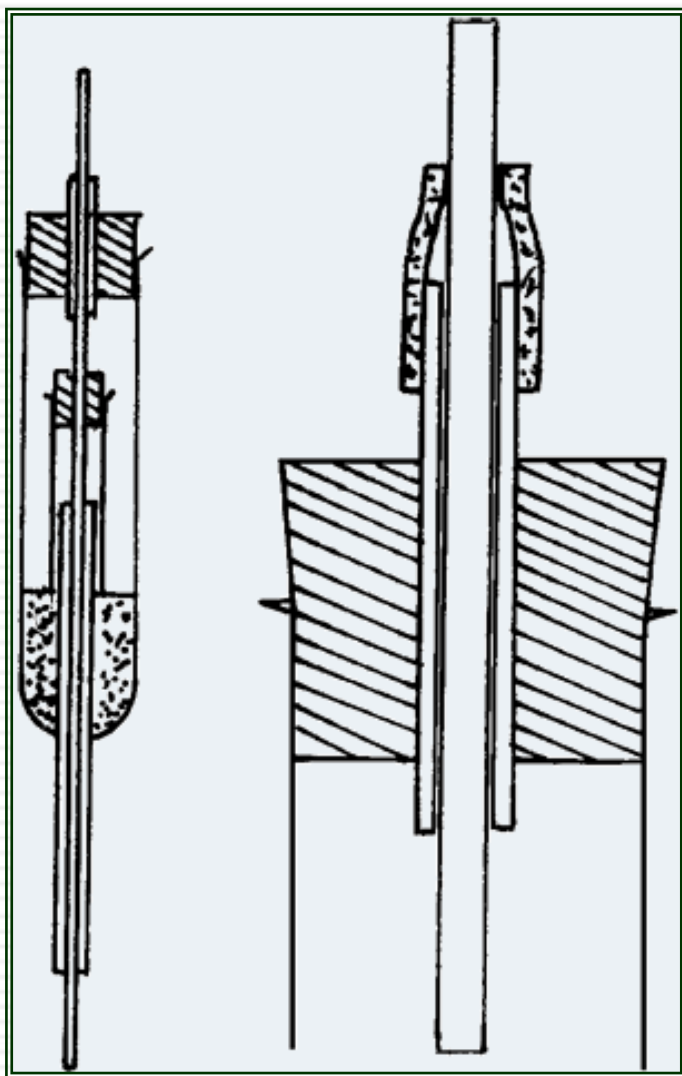


密封装置可采用简单的橡皮管密封或液封装置。前者可在橡皮塞中插一段比搅拌棒直径稍大、长度为塞子两倍的短玻璃管(标准磨口仪器采用搅拌器套管),其上端套一段内径与搅拌棒相近的短橡皮管,搅拌棒穿过其中既能自由转动又能使橡皮管紧套其上起到密封作用。在搅拌棒和橡皮管之间加少量凡士林或甘油润滑,可使搅拌棒转动灵活和增加密封效果。在对密封要求不是特别严格的场合,都可采用这种简易密封装置[下图(b)]。下图(a)为液封装置,在液封管中注入液体(石蜡、甘油或浓硫酸)与外界相隔。

将插入封管中的搅拌棒用短橡皮管(或连接器)连接到电动搅拌器的轴上,开动搅拌器,搅拌棒随之转动。



液封装置简易密封装置



四、仪器的装配

在装配实验装置时要注意以下几点:

1. 根据实验要求选用合适的仪器

如前所述, 应按实验要求选用不同类型的烧瓶、冷凝管等仪器。对于烧瓶容量的选择也随实验而定。例如, 普通蒸馏或加热回流要求烧瓶所盛物质的量占其容量的 $\frac{1}{3} \sim \frac{2}{3}$, 而对于水蒸气蒸馏、减压蒸馏则所盛物质不能超过烧瓶容量的 $\frac{1}{3}$ 和 $\frac{1}{2}$ 。

2. 按照一定顺序装配仪器

首先要确定装配仪器的位置, 放好台支架(铁台), 按自下而上、从左到右的顺序逐个装配仪器。即在铁台上先放一煤气灯(或其他热源)、铁圈、热浴, 然后将烧瓶固定在合适的高度, 再逐一安装冷凝管及其他配件。每件大仪器都应用金属夹子(通用夹)牢固地夹住

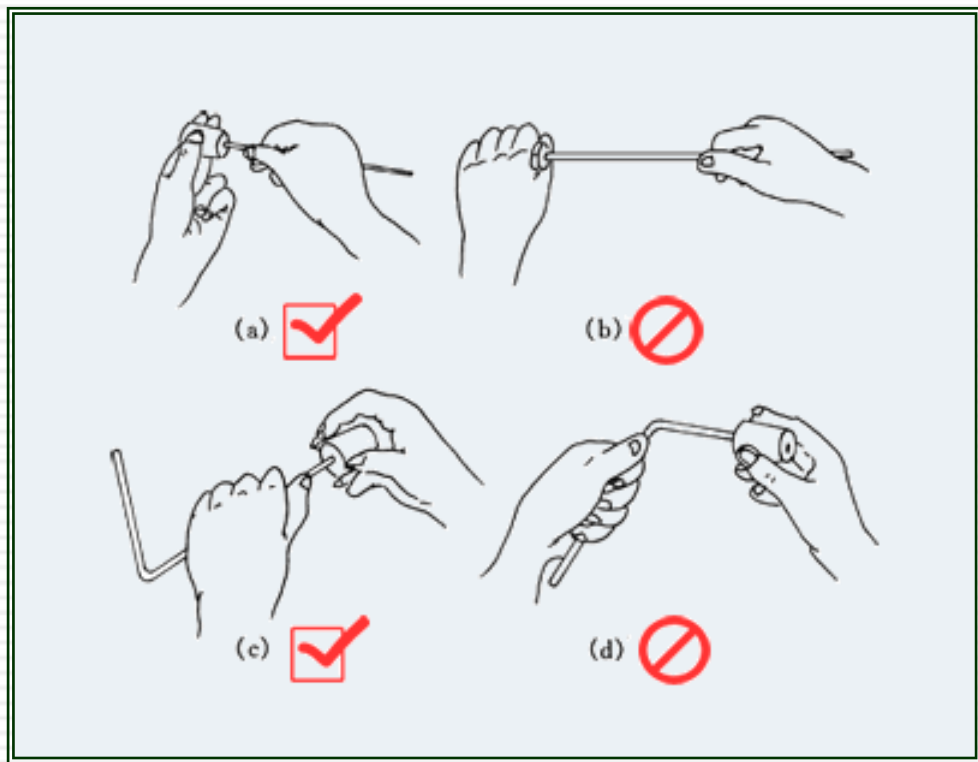


(如烧瓶夹住近瓶口的颈部, 冷凝管夹住中部), 不宜太松, 也不宜太紧, 金属夹子必须套上橡皮管或粘上石棉垫, 以防夹碎仪器。连接口要严密, 不漏气, 以免易燃液体的蒸气外逸而着火, 也保证易挥发物质不受损失。但常压下进行反应的装置必须与大气相通, 以免爆炸。

在装配磨口仪器时, 要保证磨口不受压力并使磨口保持洁净。在连接内、外磨口时一般不用润滑, 以免玷污反应物或产物。但当处理盐类或强碱性物质时, 或在减压蒸馏时, 则必须在磨口上涂一薄层润滑脂, 以免磨口粘结。从涂有润滑脂的内磨口仪器中倾出物料前, 应先用蘸有石油醚、乙醚或丙酮等易挥发有机溶剂的碎滤纸将磨口擦净。



非磨口仪器和配件之间常用塞子或橡皮管连接。在将温度计或玻璃管插入塞孔前，先用水或甘油润湿被插入的一端，然后一手持塞子，一手捏住玻璃管(或温度计)近塞子的部位(约距塞子2~3 cm处)均匀用力，使其逐渐插入。如要插入弯形玻璃管，切不可捏住弯曲处，拔出玻璃管也用类似方法。



玻璃管插入塞子

3. 装配完毕后必须对仪器和装置仔细检查

检查每件仪器和配件是否合乎要求，有无破损，装置是否正确、整齐、稳妥、严密。从正面和侧面观察，仪器的轴线是否在同一平面；检查装置是否安全，是否与大气相通等。经检查确认装置正确、安全后方能使用。

4. 实验完毕，按相反顺序立即拆卸装置，以免磨口粘结。一旦发生磨口粘结，可将仪器放在水中渐渐煮沸或小心地用热风快速吹粘结处。由于粘结处内、外温差较大，上述办法常能使磨口旋开。如果是被碱性物质腐蚀而粘结的磨口，则很难打开。

现以机械搅拌装置为例，简述其装配过程：

装配时，可根据实验要求，采用简易密封装置或液封装置，搅拌棒与玻璃管或液封管配合要适当，不宜过松或过紧，搅拌棒能在中间自由转动即可。用简易密封装置时，



在搅拌棒与紧套的橡皮管之间用少量凡士林或甘油润滑；用液封装置时，在封管中注入液体(石蜡、甘油或浓硫酸)。

铁台上先放置煤气灯、铁圈、热浴；选定三口烧瓶的位置；然后根据搅拌棒的长度，固定好电动搅拌器的位置；用短橡皮管(或连接器)将已插入封管中的搅拌棒连接到搅拌器的轴上；再小心地将三口烧瓶套上去至搅拌棒的下端距瓶底约5 mm处，将三口烧瓶夹住，使搅拌器的轴、搅拌棒以及三口烧瓶中口的中央轴线处于同一垂直线上。用手试验搅拌棒转动是否灵活，然后，以低速开动搅拌器，当搅拌棒与封管间不发出摩擦声时，方可认为仪器装配合格，否则还需进行调整。最后在三口烧瓶的两侧口上分别装上冷凝管、滴液漏斗(或温度计)，用铁夹夹住，整套装置应安装在同一铁台上。



五、塞子的选择和钻孔

1. 塞子的选择

塞子是有机实验中不可缺少的连接和密封配件，即使全部使用磨口仪器，也要用到一些塞子。实验室中常用的有软木塞和橡皮塞。橡皮塞易受有机溶剂侵蚀、溶胀，高温下易变形，因此，通常使用软木塞。但在气密性要求高的实验如减压装置中必须使用橡皮塞，以防漏气。已经老化变硬的橡皮塞不能使用，表面有裂纹和深洞的软木塞也不宜选用。所选塞子的大小，以塞入瓶口部分占塞子高度的 $1/3 \sim 2/3$ 为宜。

2. 塞子的钻孔

装配仪器时，常需在塞子中插入温度计或玻璃管等，这就需要在塞子上钻孔。钻孔用的工具钻孔器是一种圆形



钢质的切割刀具，刀刃锋利。一套钻孔器有7~10种大小不同的孔径。在软木塞上打孔时，钻孔器外径应略小于玻璃管(或温度计)的外径；在橡皮塞上钻孔时，则钻孔器应刚好能套在玻璃管(或温度计)的外面。

软木塞在钻孔之前，需压紧压软(可将软木塞横放在两块木板中间滚压，用力不可过猛)，使其内部结构均匀、密集并富于弹性，以防钻孔时塞子裂开或反应时吸收过多的液体。钻孔时，钻孔器垂直向一个方向从塞子小头的中心旋入，用力要均匀，防止塞子孔眼打斜。待钻到软木塞厚度一半时，按反方向旋出钻孔器，用通条捅出钻孔器内的塞芯，再用同样的方法从塞子另一端的中心钻孔，直到把孔钻通为止。也可以从塞子的一端钻孔，直到把孔钻通。

为减少钻孔器与塞子间的摩擦(尤其是橡皮塞的钻孔)，可将钻孔器的前端用水或甘油水溶液润湿。

