

有机化学实验



基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



有机化学实验的常识

**General knowledge of Organic
Chemistry Experiments**

实验内容

1

有机化学实验课程简介

2

有机化学实验室规则

3

化学试剂等级标准

4

安全基本知识

5

常用玻璃仪器及典型装置

6

常用仪器的清洗、干燥及保养

7

加热及冷却

8

实验预习、记录和实验报告的基本要求

9

常用期刊及网址

10

考核方法

1 有机化学课程简介

- 有机化学实验课是一门重要的基础课，要求学生的独立操作能力及动手能力很强。做好有机实验，必须熟练地掌握相关理论知识及实验基本操作技能。
- 有机化学实验具有一定的不可预测性，灵活的面对、适当的处理实验过程中出现的各种状况是非常重要的。
- 同样的实验，同样的药品、仪器，不同的人来操作往往得到不同的结果。

1.1 本课程的目的和要求



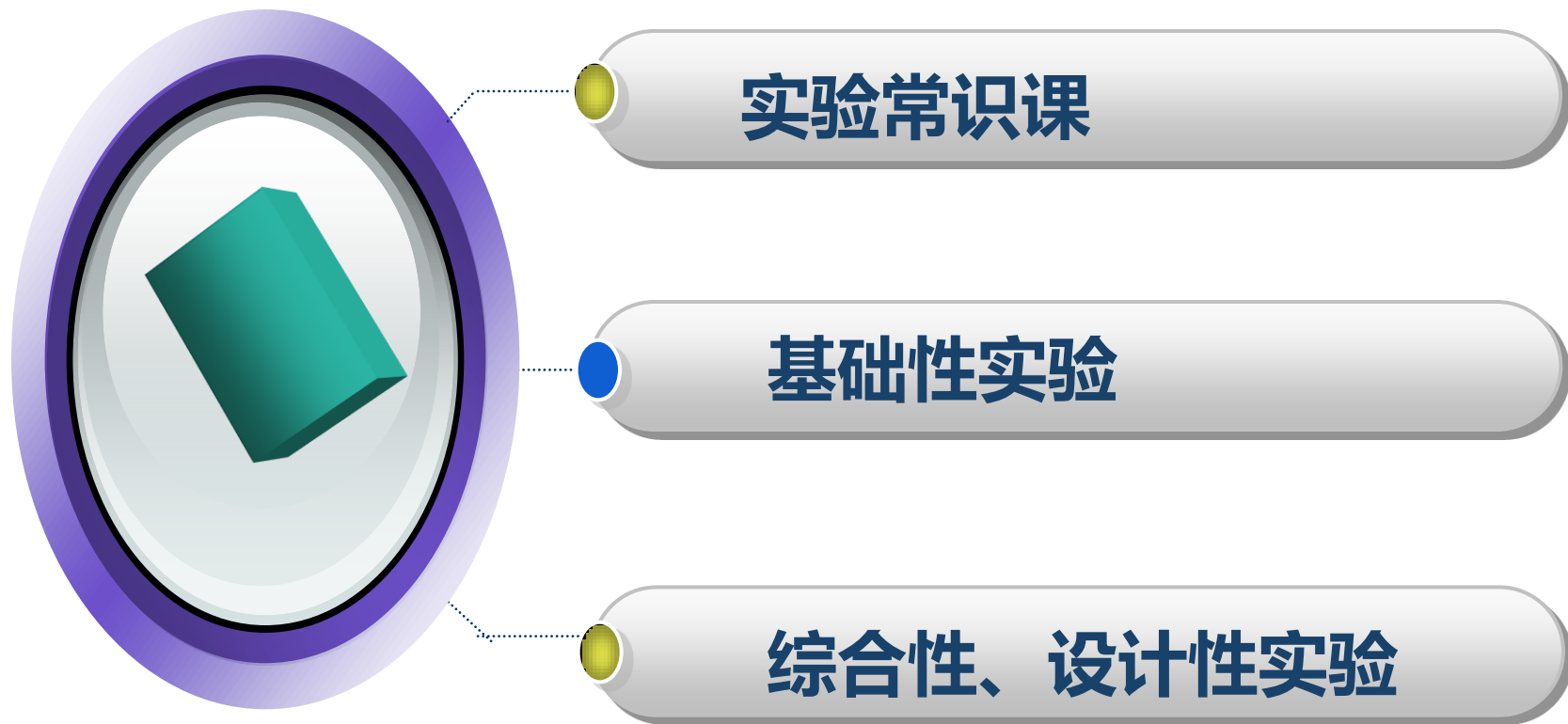
熟练掌握有机化学实验的一般操作技能。

学会重要有机化合物的制备、分离、纯化和鉴定方法。

培养实事求是的科学态度，良好的实验素养和分析问题、解决问题的独立工作能力。

通过这门课程的学习，应在有机实验技术方面变得训练有素，为今后做毕业论文或相关工作打下良好的基础

1.2 本课程的课程设置





熔点的测定、重结晶、蒸馏和简单分馏、
薄层色谱、柱色谱

乙酸乙酯的制备、正溴丁烷的制备、
乙醚的制备、环己烯的制备、乙酰苯
胺的制备

乙酰乙酸乙酯的制备、苯甲酸乙酯的
制备、Biginelli反应—3,4-二氢嘧啶
-2-酮的制备

茶叶中提取咖啡因

1.3 本课程的涉及的实验技术及方法

- ◆熔点测定的原理及技术——熔点仪的应用；
- ◆薄层色谱显色原理及技术——三用紫外分光仪的使用；
- ◆减压抽滤操作技术——循环水泵的使用；
- ◆快速回收溶剂技术——旋转蒸发仪的使用；
- ◆水蒸气蒸馏的原理及技术——水蒸气发生器的使用；
- ◆无水操作技术——干燥管的使用；
- ◆真空检测技术——真空压力计及真空泵的使用；
- ◆温控技术——恒温可调磁力加热搅拌器的使用；
- ◆红外光谱的原理及谱图解析——TJ270-30红外光谱仪的使用



2 有机化学实验室规则

1. 实验之前应认真**预习有关实验内容**，写好预习报告。
2. **熟悉实验室的安全常识及设备的使用方法**，爱护公物。
3. 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。
4. 严格按照操作规程进行实验，听从实验教师和工作人员的指导，发生意外事故，及时采取应急措施，并立即报告指导老师。
5. 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老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品。
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。

3 化学试剂等级标准

	一级品	二级品	三级品		
试剂种类	优级纯 , G.R. (Guaranteed Reagent)	分析纯 , A.R. (Analytical Reagent)	化学纯 , C.P. (Chemical Pure)	实验试剂 , L.R. (Laboratorial Reagent)	生物试剂 , B.R. (Biological Reagent)
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色或其他	黄色或其他
适用范围	纯度很高 , 使用于精密 分析和科学 研究工作	纯度仅次于 一级品 , 适 用于分析和 科学研究工 作	纯度较二级 品差 , 适用 于一般分析 工作	纯度较低 , 宜用作实验 辅助试剂	

4 安全基本知识



着火

预防

不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物。

尽量防止或减少易燃的气体外逸，且注意室内通风，及时排出室内的有机物蒸气。

严禁将与水有猛烈反应的物质倒入水槽中，如金属钠。

注意一些能在空气中自燃的试剂的使用与保存，（如煤油中的钾、钠和水中的白磷）。



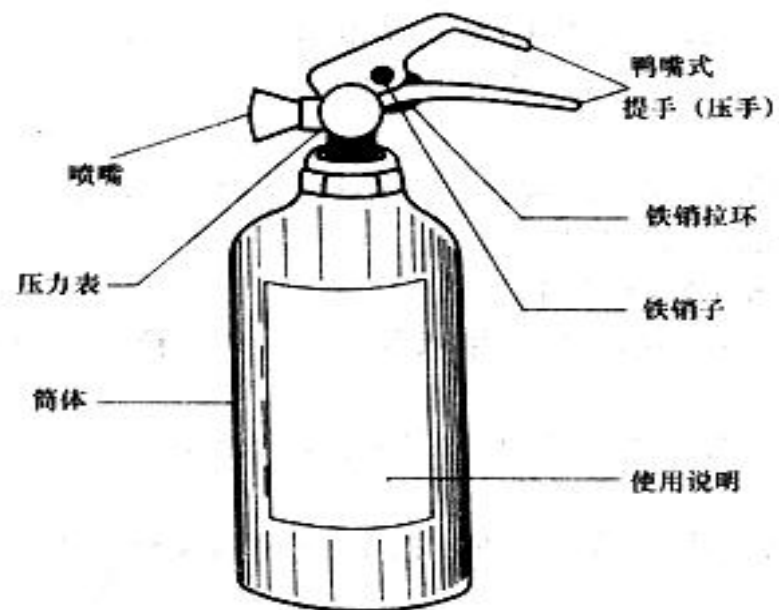
着火

处理

一旦发生火灾，应先关闭火源，拉下电闸，并迅速移去着火现场的易燃物。

身上着火时，切勿在实验室内乱跑，应就近卧倒，或在地上滚动以灭火焰。

有机物着火，小火可使用湿布或棉布盖灭，若火势较大应根据具体情况采用相应的灭火器材。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。



灭火器的使用方法

常用灭火器种类

名称	药液成份	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	用于一般失火及油类着火。因为泡沫能导电，所以不能用于扑灭电器设备着火。
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	用于电器设备及汽油、丙酮等着火。四氯化碳在高温下生成剧毒的光气，不能在狭小和通风不良实验室使用。 注意四氯化碳与金属钠接触将发生爆炸。
1211灭火器	CF_2ClBr 液化气体	用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备。
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	用于电器设备失火及忌水的物质及有机物着火。注意喷出的二氧化碳使温度骤降，手若握在喇叭筒上易被冻伤。
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类与适宜的润滑剂和防潮剂	用于油类、电器设备、可燃气体及遇水燃烧等物质着火。



爆炸

预防

常压操作加热反应时，切勿在封闭系统内进行。

减压蒸馏时，不得使用平底玻璃仪器，必要时要戴上防护面罩或防护眼镜。

使用易燃易爆物或遇水易燃烧爆炸的物质（如钠、钾等）时，应特别小心。

若反应过于猛烈，要根据不同情况采取冷冻和控制加料速度等。

中毒

预防

药品不要沾在皮肤上，尤其是极毒的药品。称量任何药品都应使用工具，不得用手直接接触。

使用和处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风柜中进行，并戴上防护用品。

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。

不要在实验室进食、饮水，食物在实验室易沾染有毒的化学物质。

A diagram showing a central green circle with the text '中毒' (Poisoning) and '处理' (Treatment) in red. To the right, a curved grey line with four colored circles (yellow, green, blue, purple) connects to four text blocks describing different poisoning treatments.

中毒

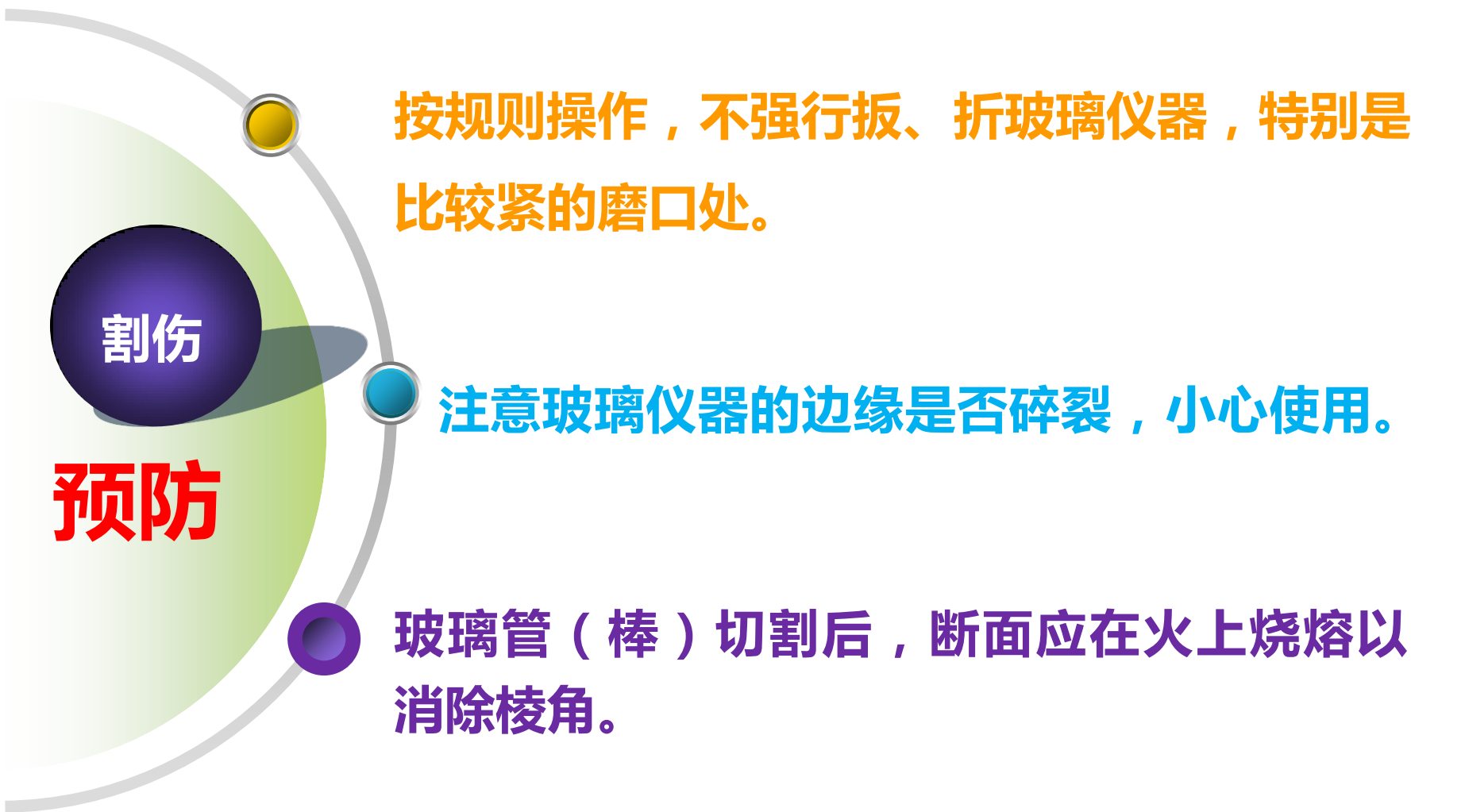
处理

实验室如有头晕、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。

皮肤接触：宜用酒精擦洗，然后用肥皂和大量水洗。

吞下强酸：先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶，不要吃呕吐剂。

吞下强碱：先饮大量水，然后服用醋酸果汁、鸡蛋白、牛奶，不要吃呕吐剂。



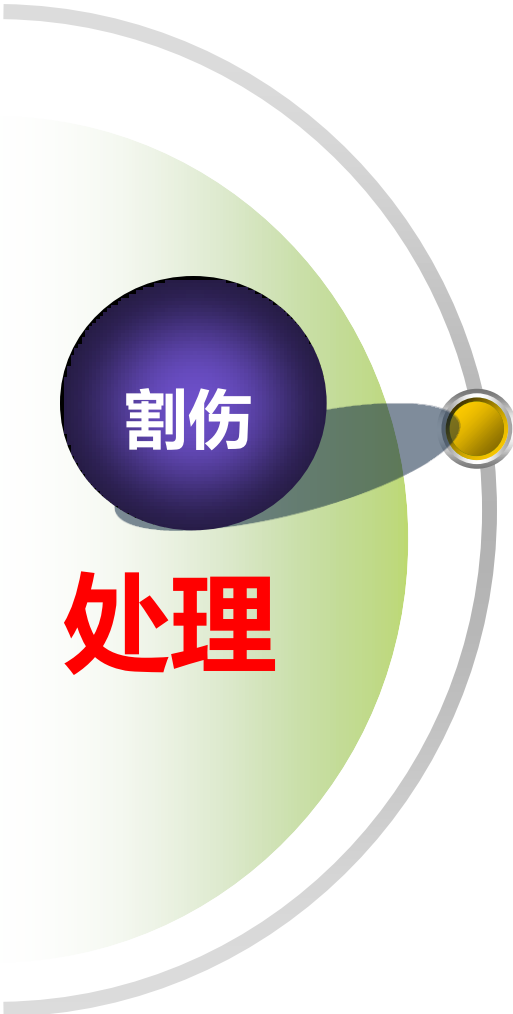
割伤

预防

按规则操作，不强行扳、折玻璃仪器，特别是比较紧的磨口处。

注意玻璃仪器的边缘是否碎裂，小心使用。

玻璃管（棒）切割后，断面应在火上烧熔以消除棱角。

A diagram illustrating the treatment of a laceration. It features a dark purple circle with the text '割伤' (Laceration) inside. This circle is connected by a grey line to a yellow circle, which is then connected to a large green circle. The green circle is partially enclosed by a grey arc. The text '处理' (Treatment) is written in red below the purple circle.

割伤

处理

如果不慎，发生割伤事故要及时处理，先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大，用蒸馏水洗净伤口，用创可贴包扎，或涂上红药水，撒上止血粉用纱布包扎。若伤口较大或割破了主血管，则应用力按住主血管，防止大出血，及时送医院治疗。



灼伤

预防

皮肤接触了高温，如热的物体、火焰、蒸气；低温，如固体二氧化碳、液氮；腐蚀性物质，如强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此，实验时，要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性化学药品时，应戴上橡皮手套和防护眼镜。



灼伤

处理

被酸或碱灼伤时，应立即用大量水冲洗。酸灼伤用1%NaCO₃冲洗；碱灼伤则用1%硼酸溶液冲洗。最后再用水冲洗。

被溴灼伤时，应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色，然后涂抹少量甘油。

除金属钠外的任何药品溅入眼内，都要立即用大量水冲洗。



电伤

预防

使用电器时，应先检查实验装置或设备的金属外壳是否完好，电线是否磨损。

使用电器时先插上插头，接通电源，再开启仪器开关。

实验过程中不能用湿手接触带电体。

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，或用不导电物使接触者与电源隔离，情况严重者需对接触者进行人工呼吸并送医院抢救。

化学实验室安全歌

水火无情，人命关天，安全第一，牢记心田。
实验之前，准备在先，防护用品，一应俱全。
短暂离开，同伴照看，尤应注意，停水停电。
调压变压，使用继电，硅油热包，用作热源。
用水注意，水管紧连，水量勿猛，下班拔管。
慎用煤气，小心引燃，远离溶剂，远离实验。
氢气钢瓶，操作要严，家用冰箱，不适实验。
剧毒试剂，专人领取，金属钾钠，存放专点。
残渣废液，不可入池，分门别类，各归其天。
最后离室，是个关键，水电气窗，闸销复原。
遇有险情，先断电源，报警号码，随处可见。

一防水患，二防火险，三防爆炸，四防触电。
实验之中，不得擅离，及时观察，预防突变。
加热过夜，最是危险，确需如此，要五保险：
不准回流，不开水冷，温度恒定，方可安眠。
使用电器，先查电线，防止短路，防止漏电。
明火加热，通风在先，高压气瓶，放稳放远。
箱内容器，一定盖严，要放平稳，务贴标签。
各种溶剂，勿贮太多，存于阴处，入夏尤然。
实验室内，保持整洁，不能用膳，不准抽烟。
灭火用具，经常检查，急救药品，常备手边。
此歌唱完，认真实践，胆大心细，永保安全。

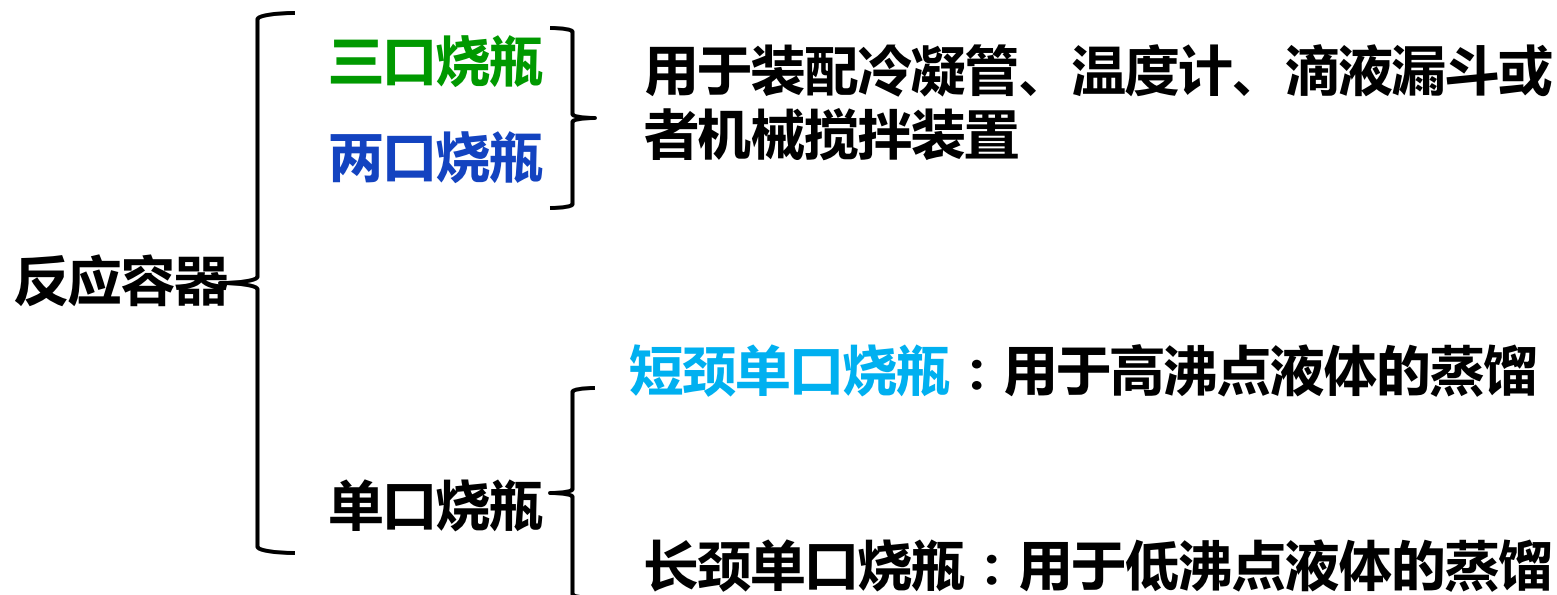
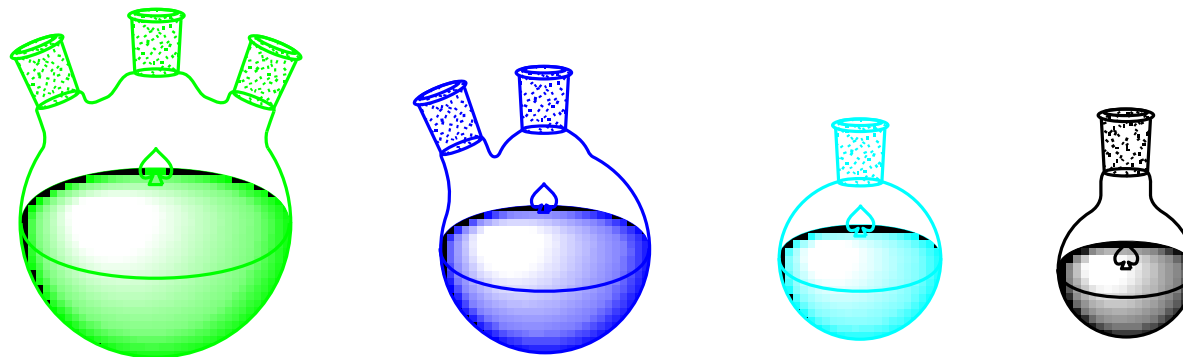
——摘自《大学化学》，1992, 7(5): 51.

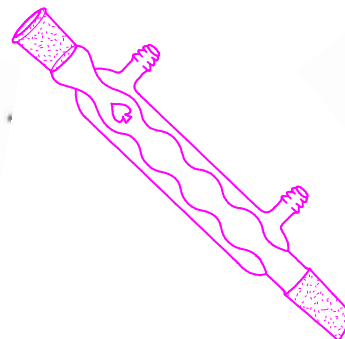
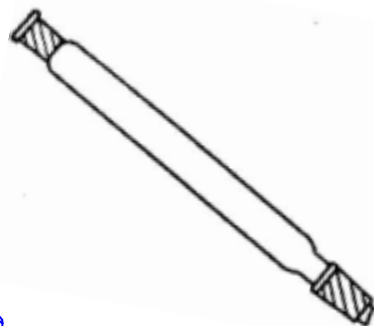
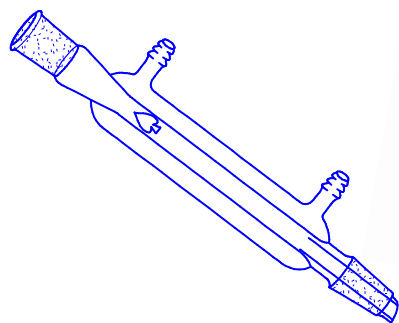
5 常用玻璃仪器及典型装置

常用的标准磨口规格为14、19、24、29、34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19/26，19表示磨口大端的直径为19 mm，26表示磨口的高度为26 mm。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。

使用事项

- ① 磨口表面必须清洁
- ② 使用磨口时一般不需涂润滑剂
- ③ 装配时，宜注意“稳，妥，端，正”四字
- ④ 实验完毕，立即将仪器拆、洗干净
- ⑤ 装拆时应注意相对的角度，不能在角度偏差时进行硬性装拆



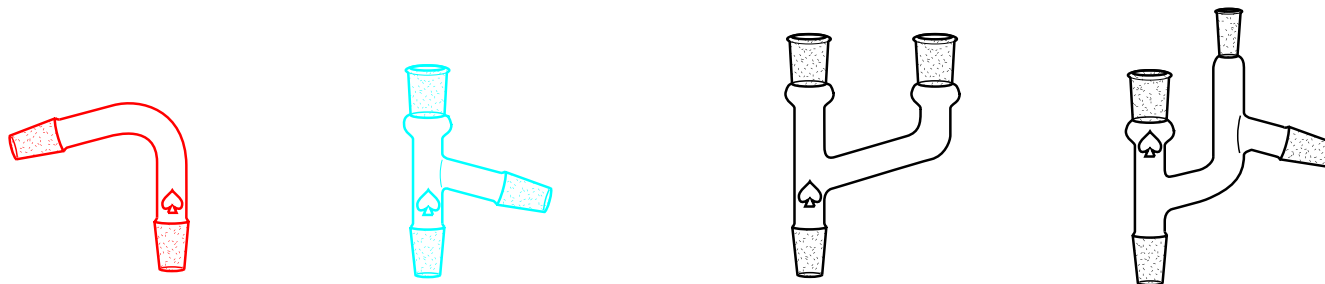


直形冷凝管：蒸馏，蒸馏沸点为 140°C 以下液体

空气冷凝管：蒸馏，蒸馏沸点为 140°C 以上液体

球形冷凝管：用于回流

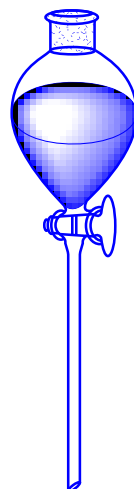
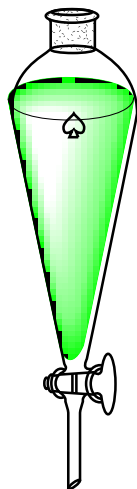
刺形分馏柱：用于分馏操作



弯头：用于常压蒸馏，替代蒸馏头

蒸馏头：用于蒸馏

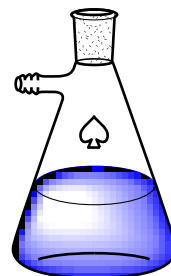
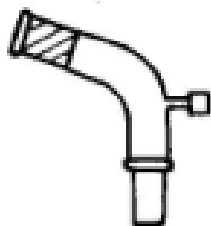
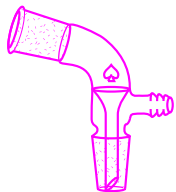
克氏蒸馏头：用于减压蒸馏



梨形分液漏斗：用于分离、萃取、洗涤

茄形滴液漏斗：用于向体系内滴加物料

恒压分液漏斗：用于体系内有压力、可顺利加料

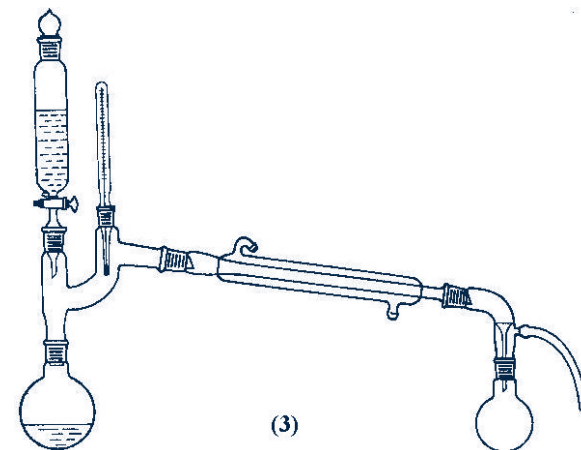
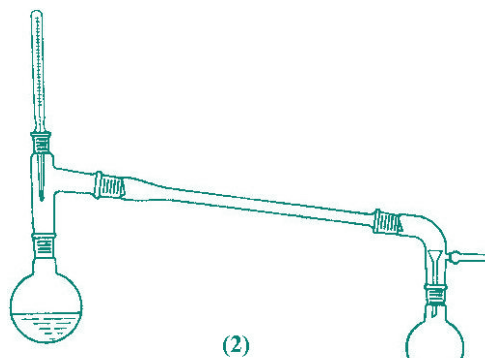
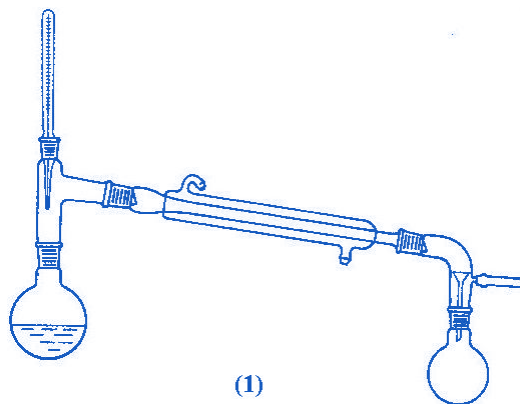


接引管：用于蒸馏或分馏

真空接引管：用于减压蒸馏

抽滤瓶：用于减压抽滤

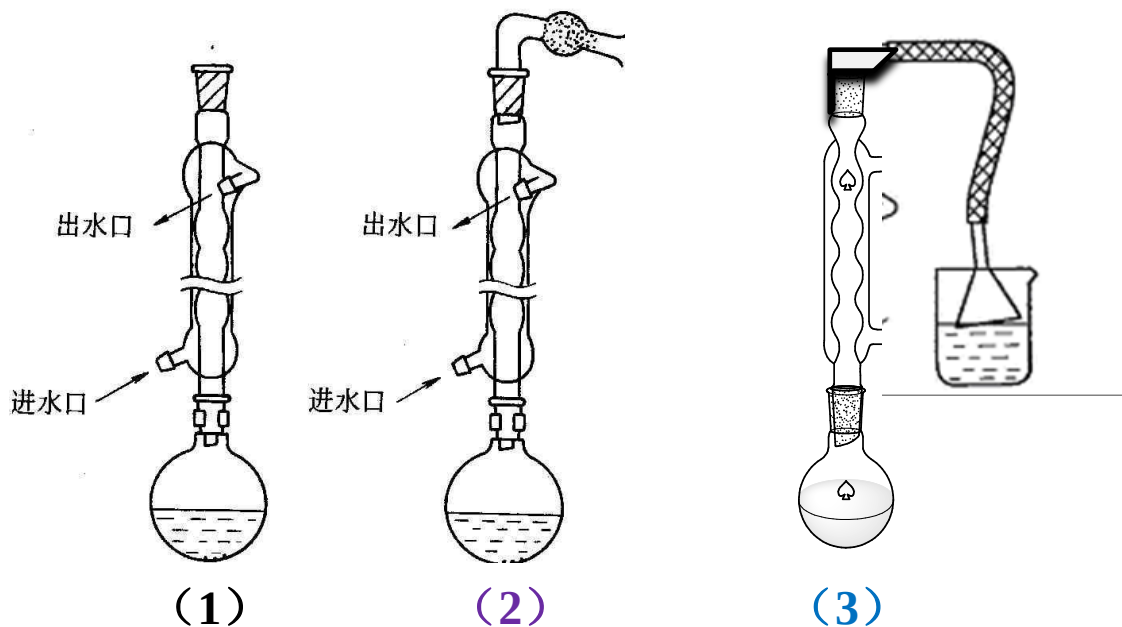
布氏漏斗：用于减压抽滤



(1) 最常用的蒸馏装置

(2) 常用于蒸馏沸点在 140°C 以上的液体

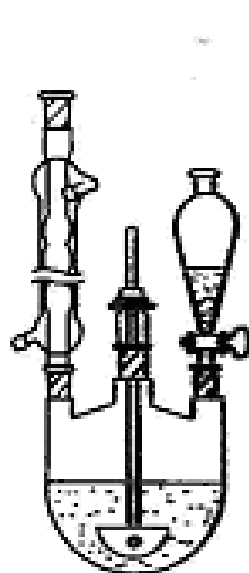
(3) 常用于蒸除较大量溶剂的装置



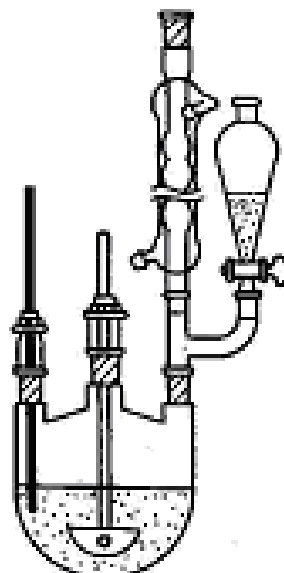
(1) 最常用的回流冷凝装置

(2) 带有干燥管的回流冷凝装置

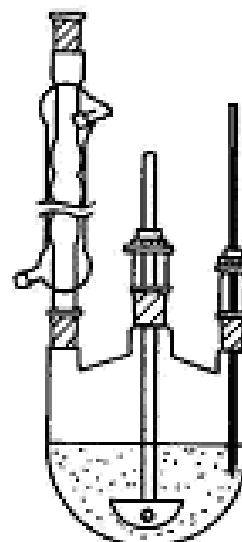
(3) 带有气体吸收的回流冷凝装置



(1)



(2)

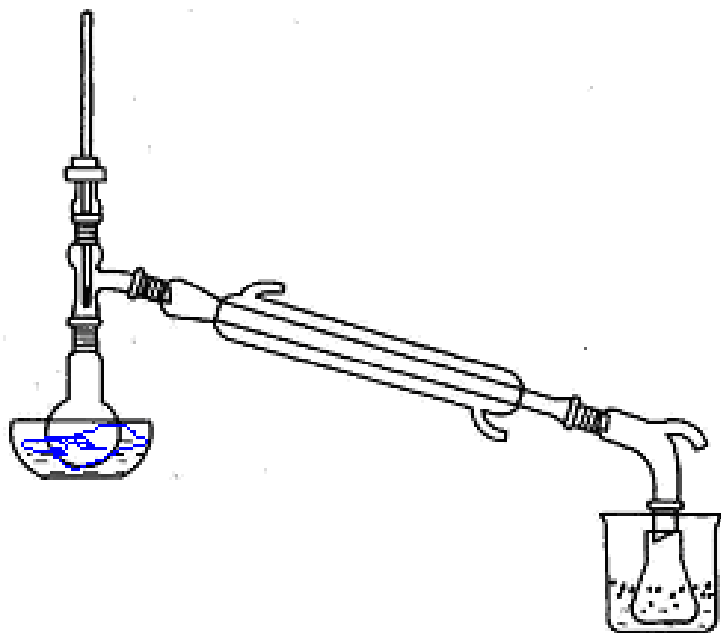


(3)

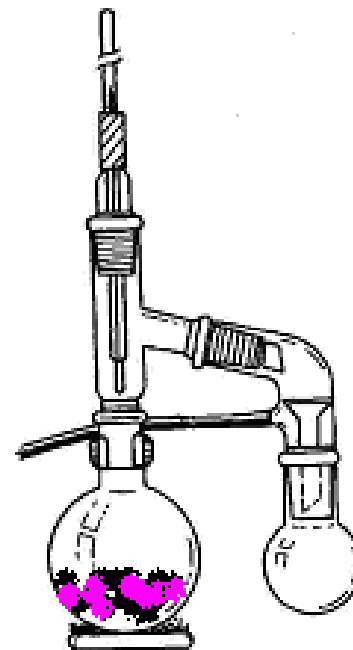
(1) 带有滴加和冷凝的搅拌装置

(2) 带有滴加、冷凝及温控的搅拌装置

(3) 带有冷凝和温控的搅拌装置



低沸点液体蒸馏装置



低熔点固体蒸馏装置

6 常用仪器的清洗、干燥和保养

盐酸：洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

超声波：利用声波的振动和能量，即可达到清洗仪器的目的。

铬酸洗液：有机污垢破坏力很大，可洗去炭化残渣等有机污垢。

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。

碱液和合成洗涤剂：用以清洗油脂和一些有机物（如有机酸）。

6.1
仪器清洗

6.2 仪器干燥



将洗净仪器倒置或放在干燥架上自然风干。



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。



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。

6.3 仪器保养

温度计

不能用温度计做搅拌棒；
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。

冷凝管

冷凝管通水很重，所以宜将夹子夹在冷凝管重心处，以免翻到；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。

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；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。

锥形瓶

锥形瓶不耐压，坚决杜绝用于减压操作中。

6.4 仪器装配

安装时，首先选好主要的仪器，按照“先下后上，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”。

装配仪器基本原则切忌对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

7 加热及冷却

7.1 加热



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。

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，使用方便。

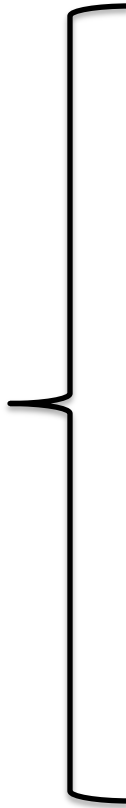
是间接加热，作为传热介质的可以是水、油、有机液体、熔融的盐、砂和金属等，可根据加热温度、升温速度等加以选择。

7.2 冷却

冷却剂	温度/°C	冷却剂	温度/°C
水	室温	干冰	-60
冰-水(碎冰)	0 ~ 5	干冰+乙醇	-72
NaCl ₂ + 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	液氨+乙醚	-116
NaNO ₃ + 碎冰(3 : 5)	约-13 ~ -20	液氮	-196
液氨	-33		

8 实验预习、记录和实验报告的基本要求

8.1 实验预习报告的格式

- 
- ① 明确实验目的和要求。
 - ② 了解实验原理，主反应和副反应方程式。
 - ③ 查清反应机理，以了解反应过程的来龙去脉。
 - ④ 查阅主要试剂和产物物理常数。
 - ⑤ 领会实验内容，写出简单的实验步骤并准确画出反应装置图。
 - ⑥ 熟悉相关单元操作内容，列出粗产物纯化过程。
 - ⑦ 了解反应的注意事项、关键操作、重点和难点及安全操作问题。

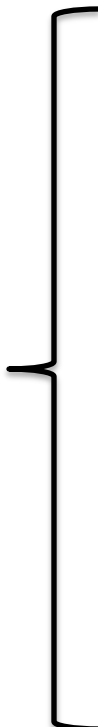
8.2 实验的记录

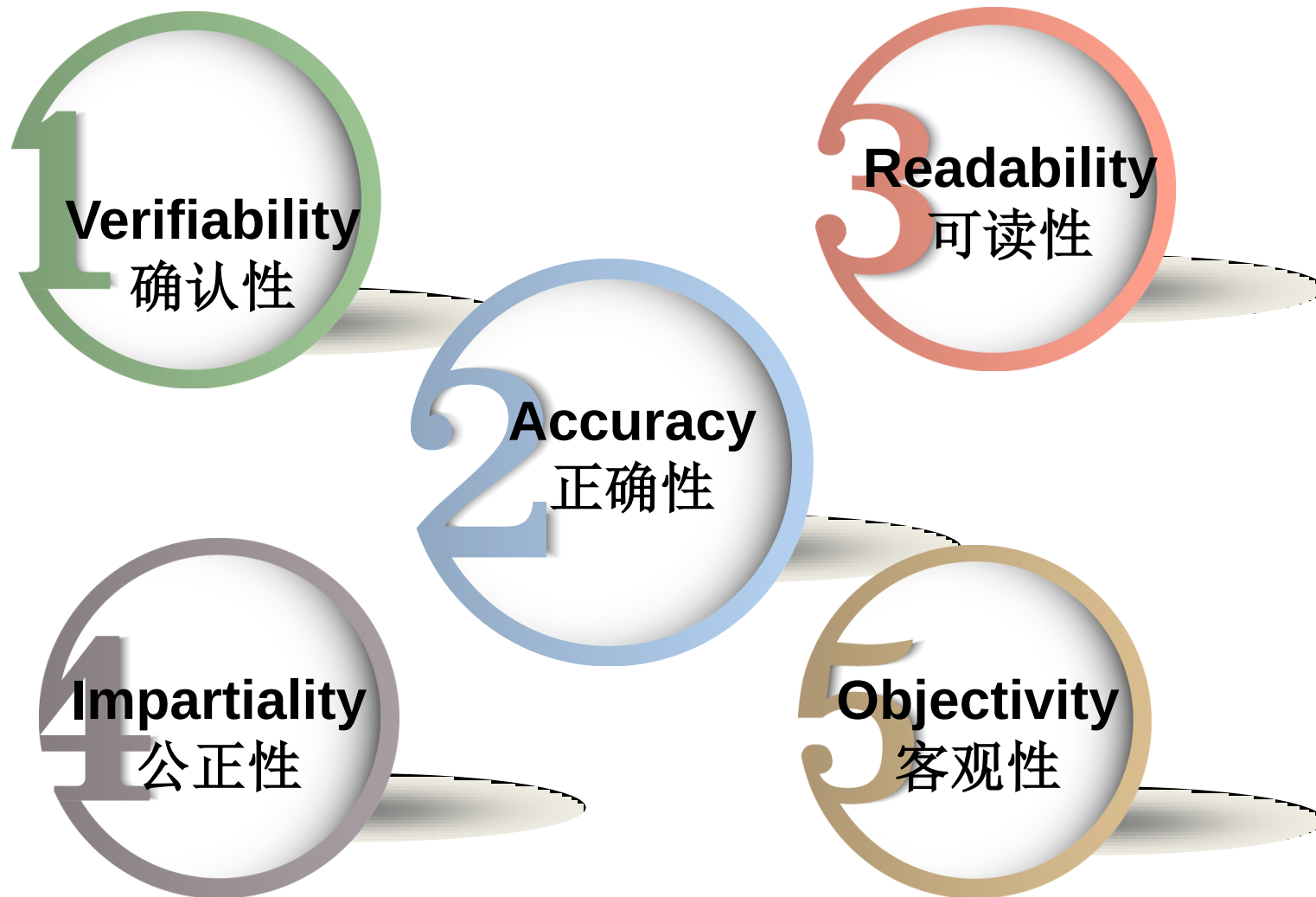
时间	步骤	现象及记录	备注

注：（1）实验记录一定要做到及时、准确、简明，
不应追记、漏记和凭空想象。

（2）实验记录本最好和预习本公用，每次实验结束后连同产品交老师**审查并签字**，否则本次实验无效。

8.3 实验报告的格式

- 
- ① 实验目的和要求。
 - ② 实验原理，主反应和副反应方程式。
 - ③ 主要试剂及产物的物理常数。
 - ④ 反应装置图。
 - ⑤ 实验步骤、数据记录及现象记录。
 - ⑥ 结果讨论。
 - ⑦ 个人心得体会及对老师的建议。
 - ⑧ 思考题。



VARIO原则

9 常用期刊及网址

1. ScienceDirect (SD)

网址: <http://www.sciencedirect.com/>

2. EBSCOhost数据库

网址:

<http://search.china.epnet.com/>

3. Springer数据库

网址: <http://>

springer.lib.tsinghua.edu.cn/

4. ACS Publications (美国化学会)

网址: <http://pubs.acs.org/>

5. Royal Society of Chemistry (RSC) (英国皇家化学会)

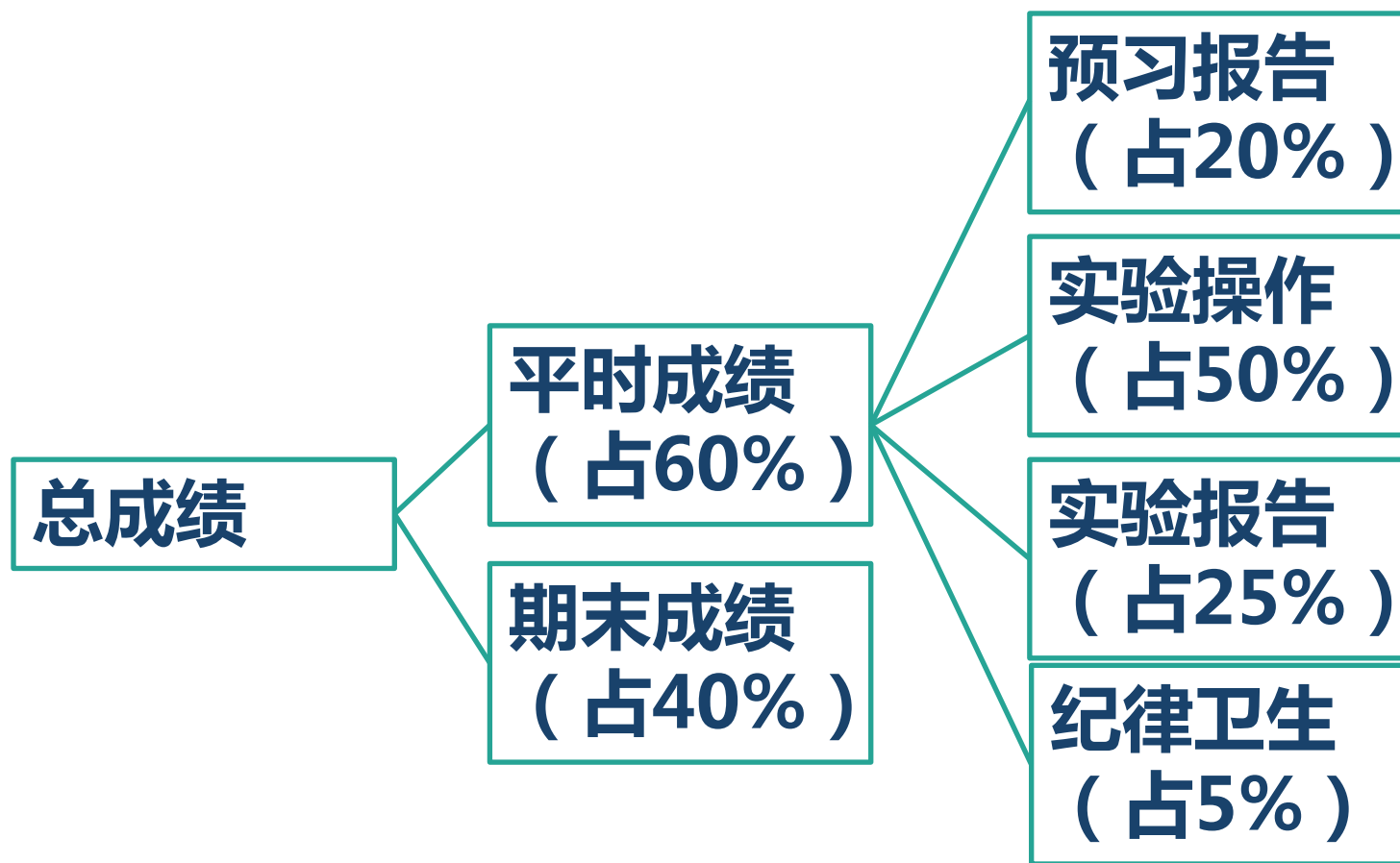
网址: <http://www.rsc.org/Publishing/Journals/Index.asp>

6. Wiley

网址:

<http://www.interscience.wiley.com/>

10 考核方法





QUST

Thank You!

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心