



普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验

第二版

主 编 崔 玉 王志玲

副主编 杨春霞 刘思全 王秋芬 郑鲁沂



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验

(第二版)

主 编 崔 玉 王志玲

副主编 杨春霞 刘思全 王秋芬 郑鲁沂

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书系统、全面地介绍了有机化学实验常用的技术和方法,在反映基础课教学内容与实验的新技术、新方法以及与其他学科适度交叉、渗透等方面做了改革尝试。

本书将实验分为基础实验、基本有机合成实验、综合实验与设计实验四个层次。基础实验和基本有机合成实验精选了代表本学科特点的最基本的实验方法和技术;综合实验突破了验证性合成实验的旧模式,将有机化合物的制备、天然有机化合物的提取与现代有机分离、分析技术以及官能团的定性定量分析适度结合;设计实验突出了正交设计及现代有机合成新技术在有机化合物制备中的应用。每个实验后均有思考题。书后配有附录可供学生查阅和进一步阅读使用。

本书可作为高等学校化学及相关专业本科生的实验教材,也可供其他学科(理、工、农、林、医)不同层次(研究生、本科生、专科生等)的学生根据各自的特点选择使用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/崔玉,王志玲主编. —2版. —北京:科学出版社,2015.6
普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-044644-2

I. ①有… II. ①崔…②王… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 124549 号

责任编辑:郭慧玲 / 责任校对:赵桂芬
责任印制:赵 博 / 封面设计:迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

大厂书文印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2009 年 1 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2015 年 12 月第 二 版 印张:12 3/4

2015 年 12 月第六次印刷 字数:275 000

定价:37.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

第二版前言

《有机化学实验》第一版于 2009 年 1 月出版,历时六载,得到了同行和读者的一致好评。本书第一版为 21 世纪高等院校教材和化学基础课实验系列教材,第二版为普通高等教育“十二五”规划教材。六年来,济南大学化学、应用化学、材料化学、化学工程与工艺、高分子材料与工程、环境科学和环境工程等专业一直采用本书第一版为有机化学实验教材,教学质量逐步提高。

在教学实践过程中,我们不断总结经验,参加有关化学教学会议,征求和认真听取兄弟院校的意见和建议,不断探索有机化学实验课程的教学方法和教学内容,并参考国内外出版的同类及相关类别的教材和专业书籍,汲取营养,2015 年逐步形成了第二版教材的初稿。

本次修订再版主要在以下两个方面进行了调整和补充:

(1)在实验原理方面,根据学生的反映,作出了一些修改,尽可能用化学反应方程式或简练、易于理解的语言阐述,便于学生预习。

(2)在具体实验步骤方面,根据学生实验的特点,我们对部分实验进行了修改和改进,如将实验过程中现象不太明显的薄层色谱实验内容作了修改、实验产率不高的溴乙烷的制备实验步骤做了调整,使学生在进行实验操作时条理更加清楚,步骤更加明确,在一定程度上提高了实验课的课堂效率,避免了实验事故的发生。

参加本书修订与编写工作的主要有杨春霞(第 1 章)、崔玉、王秋芬(第 2 章)、刘思全、郑鲁沂(第 3 章)、王志玲、崔玉(第 4 章)、王志玲、杨春霞(第 5 章),全书由崔玉统稿、定稿。

本次修订得到了科学出版社和济南大学化学与化工学院的大力支持和帮助,在此一并表示感谢!

由于编者水平所限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者不吝指正。

编 者

2015 年 6 月

第一版前言

高等教育改革正在不断深入,加强实验教学环节,提高学生动手能力、综合分析能力和创新能力已成为 21 世纪人才培养的迫切需求。为适应我国高等教育人才的培养目标,我们在合理修改多年使用的自编有机化学实验讲义的基础上,结合教学经验,同时参考国内外有机化学实验教材及相关文献,编写了本书。

本书以加强基础与培养能力为主线,按照由浅入深、循序渐进的认识规律,将实验分为基础实验、基本有机合成实验、综合实验与设计实验四个层次。

基础实验和基本有机合成实验精选了代表本学科特点的最基本的实验方法和技术。通过学习,学生将掌握本学科的基础知识、基本操作与基本技能,为综合实验奠定基础。

综合实验突破了验证性合成实验的旧模式,将有机化合物的制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的鉴定、有机官能团的定量分析以及现代有机多种实验技术与手段,如色谱技术、波谱技术相结合,其目的是训练学生对所学知识和实验技术的综合运用能力、独立操作能力以及对实验结果的综合分析能力,为设计实验的顺利开展做好准备。

设计实验将正交设计及现代有机合成新方法,如微波法、超声波法、室温离子液体、相转移催化技术等与有机合成相结合,在学生完成基础实验和综合实验的基础上,通过教师指导,自主地查阅资料、设计方案,经过课前讨论、方案论证和实验操作等环节,完成实验报告。其目的是以学生为主体,充分激发学生学习的积极性,培养探索与创新意识,提高科学素养。

实验内容全面反映了我们多年来有机化学实验课程体系与教学内容改革的经验与成果,将成熟的、重要的、有代表性的实验与适于学生实验的新技术、新反应相结合,同时与其他学科适度交叉、渗透。

另外,本书还具有以下特点:

(1) 在兼顾化合物、反应和基本操作类型的前提下,注重实验室安全、减少污染和原料价廉易得等,所有实验均采用半微量操作,符合绿色化和减量化的原则。

(2) 基础实验及综合实验的实验原理和步骤简单明了,实验的注意事项较为详尽,是实验成败的关键。

(3) 每个实验针对实验原理的关键点及实验操作中的注意事项提出了思考题,以促使学生加深理解,积极思考。

(4) 基础实验及综合实验合成的有机化合物附有红外光谱和核磁共振标准谱图,将制备与现代波谱的鉴定技术相结合。

(5) 实验后的附注、书后的附录及一般知识介绍的参考文献可供学生查阅和进一步阅读使用。

本书由崔玉拟订编写大纲,一般知识介绍部分由杨春霞和刘思全编写,基础实验部分由王秋芬和刘思全编写,基础有机合成实验部分由崔玉和郑鲁沂编写,综合实验与设计实

验部分由王志玲、崔玉及杨春霞编写,附录由崔玉编写,全书由崔玉和王志玲统稿、定稿。在编写过程中得到任岬、邓月娥、崔月芝、尹汉东、李晓燕、郭佃顺、李长恭和辛炳炜的热情指导与帮助,在此一并表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

编 者

2008年8月

目 录

第二版前言

第一版前言

第 1 章 有机化学实验的一般知识	1
1.1 有机化学实验的目的和任务及实验室规则	1
1.1.1 有机化学实验的目的和任务	1
1.1.2 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验的安全知识	2
1.2.1 有机化学实验的特点	2
1.2.2 实验室安全守则	2
1.2.3 实验室意外事故的预防及处理	2
1.3 有机化学实验常用玻璃仪器及装置	4
1.3.1 有机化学实验常用玻璃仪器	4
1.3.2 玻璃仪器的使用、洗涤和干燥	6
1.3.3 常用有机化学实验装置	7
1.4 有机化学实验常用设备	11
1.4.1 加热设备	11
1.4.2 搅拌设备	11
1.4.3 减压设备	12
1.4.4 其他设备	12
1.5 加热、冷却与干燥	13
1.5.1 加热	13
1.5.2 冷却	13
1.5.3 干燥	14
1.6 预习报告、实验记录和实验报告的要求及书写	15
1.6.1 预习报告	15
1.6.2 实验记录	16
1.6.3 实验报告	16
1.7 有机化学文献简介	16
1.7.1 期刊	16
1.7.2 文摘	18
1.7.3 工具书	18
1.7.4 参考书	19
1.7.5 网络信息资源	20

第2章 基础实验	22
2.1 基本实验操作	22
实验1 配塞的钻孔和简单玻璃工操作	22
2.2 物理性质测定	24
实验2 有机化合物熔点的测定	25
实验3 有机化合物沸点的测定	29
实验4 折射率的测定	30
实验5 旋光度的测定	33
2.3 固体有机化合物的分离提纯	35
实验6 重结晶	35
实验7 升华	40
2.4 液体有机化合物的分离提纯	41
实验8 简单蒸馏	42
实验9 减压蒸馏	44
实验10 共沸蒸馏	47
实验11 水蒸气蒸馏	48
实验12 分馏	51
2.5 萃取分离	52
实验13 液-液萃取	53
实验14 液-固萃取	55
2.6 经典色谱法	57
实验15 柱色谱	57
实验16 薄层色谱	59
实验17 纸色谱	61
第3章 基本有机合成实验	64
3.1 烯烃的制备	64
实验18 环己烯的制备	64
3.2 卤代烷的制备	66
实验19 溴乙烷的制备	67
实验20 正溴丁烷的制备	69
3.3 醇的制备	72
实验21 三苯甲醇的制备	73
3.4 醚的制备	77
实验22 乙醚的制备	77
实验23 正丁醚的制备	79
3.5 酮的制备	82
实验24 环己酮的制备	82
实验25 苯乙酮的制备	85

3.6 羧酸的制备	87
实验 26 苯甲酸的制备	87
3.7 柏琴反应和 β -芳基丙烯酸的制备	89
实验 27 肉桂酸的制备	89
3.8 羧酸酯的制备	92
实验 28 乙酸乙酯的制备	92
实验 29 乙酸正丁酯的制备	95
3.9 乙酰乙酸乙酯的制备及其在合成中的应用	97
实验 30 乙酰乙酸乙酯的制备	97
实验 31 4-苯基-2-丁酮的制备	100
3.10 芳香胺的酰化	102
实验 32 乙酰苯胺的制备	102
3.11 芳香族硝基化合物的制备	105
实验 33 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	105
3.12 重氮盐的制备及其反应	109
实验 34 甲基橙的制备	109
3.13 无水溶剂的制备	112
实验 35 氧化钙法制备无水乙醇	112
第4章 综合实验	115
4.1 天然有机化合物的提取	115
实验 36 黑胡椒中提取胡椒碱	115
实验 37 橙皮中提取柠檬烯	119
实验 38 茶叶中提取咖啡因	121
4.2 色谱分析法	124
实验 39 橙皮提取物的气相色谱分析	124
实验 40 高效液相色谱法测定饮料中咖啡因	126
4.3 现代波谱技术	128
实验 41 黄连素的紫外光谱分析	128
实验 42 苯乙酮的红外光谱测定及结构分析	131
实验 43 核磁共振氢谱测定乙酰乙酸乙酯互变异构体	132
4.4 有机化合物的合成及官能团的定性定量分析	135
实验 44 2-叔丁基对苯二酚	135
实验 45 甲基叔丁基醚	138
实验 46 乙酰水杨酸	141
实验 47 苯乙醇酸	145
实验 48 苯氧乙酸	150
实验 49 邻苯二甲酸二丁酯	154
实验 50 8-羟基喹啉	158

实验 51 对氨基苯磺酰胺	160
第 5 章 设计实验	166
实验 52 正交设计法制备香豆素	166
实验 53 正交设计及微波辐射制备肉桂酸酯	170
实验 54 相转移催化法制备二茂铁及其应用	173
实验 55 微波辐射及相转移催化法制备对甲苯基苄基醚	177
实验 56 超声波辐射制备糠叉乙酰苯	178
实验 57 超声波辐射提取天然药物大黄游离蒽醌及表征	178
实验 58 室温离子液体 1-甲基-3-丁基咪唑溴盐的制备	179
实验 59 室温离子液体催化制备医药中间体 3,4-二氢嘧啶-2(1 <i>H</i>)-酮	179
实验 60 麻醉剂苯佐卡因的制备及表征	180
实验 61 聚合法制备高吸水树脂聚丙烯酸钠	181
主要参考文献	182
附录	183
附录 1 常用元素的相对原子质量(1997)	183
附录 2 常用有机试剂的精制	183
附录 3 部分共沸混合物的性质	186
附录 4 关于毒性、危害性化学药品的知识	187
附录 5 常见官能团红外光谱特征谱带	190
附录 6 常见结构单元的质子化学位移范围	191

第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验的目的和任务及实验室规则

1.1.1 有机化学实验的目的和任务

化学是一门以实验为基础的学科。有机化学实验是有机化学的基础,是培养学生动手、动脑能力的关键环节,起到理论联系实际的桥梁作用。有机化学实验的教学目的和任务是:

(1) 通过有机化学实验的一般知识的学习,使学生掌握有机化学实验的安全常识,熟悉有机化学实验常用的仪器和装置。

(2) 通过基本实验的严格训练,使学生掌握有机化学实验的基本技术、基本操作和基本技能,培养学生的科学态度和动手能力。

(3) 通过基本有机合成实验,使学生掌握典型有机合成反应的原理和操作,验证有机化学中所学的理论,加深对基本反应、基础理论的理解,培养学生观察现象、分析问题和解决实验中所遇到问题的能力。

(4) 通过综合性实验,训练学生将有机化合物的合成、提取、分离、提纯、分析和鉴定相结合,提高学生对所学知识与实验技术的综合运用能力、独立操作能力,为设计性实验的顺利开展做好准备。

(5) 通过设计性实验,使学生掌握自主地查阅文献资料、设计方案、实施实验以及对实验结果的综合分析能力,充分激发学生学习的积极性,培养学生的探索与创新意识及科研能力。

(6) 通过有机化学实验的训练,培养学生实事求是、科学严谨的实验态度和良好的工作习惯。

1.1.2 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、高效、安全地进行,培养学生严谨的工作态度和良好的实验习惯,学生必须严格遵守以下规则:

(1) 实验前:认真预习有关的实验内容及相关的参考资料,明确实验目的和要求,熟悉实验所需仪器、试剂,实验装置和实验步骤,写好预习报告。

(2) 进入实验室:熟悉实验室及周围的环境,熟悉灭火器材放置的地点和使用方法,严格遵守实验室的安全守则和具体实验操作中的安全注意事项,若发生意外事故应及时处理并报告教师。

(3) 实验过程中:遵守纪律,保持安静,遵从教师的指导,严格按实验要求操作,不允许私自改变试剂用量和加料顺序,细心观察,积极思考,如实记录实验中出现的现象,不做与实验无关的事情,不得擅自离开。

(4) 实验结束后:将产品回收,仪器洗净、放好,实验台清理干净,值日生做完值日,关好水、电、门、窗,经教师检查后,方可离开。

1.2 有机化学实验的安全知识

1.2.1 有机化学实验的特点

(1) 所用药品一般易燃、易爆、有毒,如使用不当,可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒等事故。

(2) 所用仪器多为玻璃仪器,且仪器装置复杂,如不注意,不但会损坏仪器,还会造成割伤。因此,进行有机化学实验时,必须注意安全。

1.2.2 实验室安全守则

为了确保有机化学实验安全、正常地进行,学生必须遵守下列实验室安全守则:

(1) 实验开始前,应仔细检查仪器是否完整无损,严格按照操作规程安装好实验装置,经老师检查合格后方可进行实验。

(2) 实验进行时,不得随意离开,要时刻注意反应进行的情况,有无漏气、堵塞,反应是否平稳进行,仪器有无破裂等。

(3) 严禁在实验室喝水、吃东西,实验结束后要仔细洗手。

(4) 使用电器时,不能用湿手动插头、电源开关,实验结束后要先切断电源,再拆卸装置。

(5) 对可能发生危险的实验,要采取必要的安全防护措施。

1.2.3 实验室意外事故的预防及处理

1. 火灾的预防及处理

1) 火灾的预防

(1) 不能用敞口容器放置和加热易燃、易挥发的化学试剂,如需加热,必须使用装有球形冷凝管的装置,不能用明火直接进行加热。

(2) 加热速度不能太快,以防局部过热。

(3) 处理大量易燃溶剂时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出。

(4) 蒸馏低沸点易燃液体时,瓶内液体的量不能超过瓶容积的 $1/2$,蒸馏装置不能漏气,如发现漏气,应立即停止加热,检查原因。

(5) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(6) 易燃、易挥发的废品不得倒入废液缸和垃圾桶中,应专门回收处理。

2) 火灾的处理

有机化合物着火时通常采用隔绝空气的方法灭火,一般不能用水灭火。应根据起火原因、火势大小采取相应的措施。

(1) 小口容器内有机化合物着火时,用石棉布或湿抹布盖住瓶口,火即熄灭,注意不可用嘴吹。

(2) 洒在地面或桌面上的有机溶剂着火时,若火势不大,用湿抹布或沙子盖住,火即熄灭。

(3) 衣服着火时,立即用石棉布覆盖着火处或把衣服浸湿,及时脱下衣服,或就近卧倒,在地上滚动即可熄灭火焰,切忌乱跑。

(4) 电器着火时,切断电源后用灭火器灭火。

(5) 火势较大时,应采用灭火器灭火,有机实验室最常用的灭火器为二氧化碳灭火器和干粉灭火器。

2. 爆炸的预防及处理

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有以下几种情况:

(1) 有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)燃烧,当空气中混杂易燃有机溶剂,蒸气压达到某一极限时,遇到明火即发生燃烧爆炸。

(2) 某些化合物在受热或受到碰撞时会发生爆炸,如过氧化物、乙醚、芳香族多硝基化合物等。

(3) 仪器安装不正确或操作不当,也可引起爆炸,如蒸馏或反应时实验装置为密闭体系,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

(1) 切勿将易燃溶剂倒入废液缸内,更不能用敞口容器盛放易燃溶剂。

(2) 使用易燃易爆物品时,应严格按照操作规程操作,不允许私自改变实验步骤。

(3) 反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

(4) 用玻璃仪器组装实验装置前,要先检查玻璃仪器是否破损。

(5) 常压操作时,实验装置不能为密闭体系,装置必须和大气相通,实验中应细心观察装置是否堵塞,如发现堵塞应立即停止实验,将堵塞排除后再继续实验。

(6) 减压蒸馏时,不能使用平底烧瓶等不耐压容器。

(7) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不得将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

(8) 使用醚类化合物前,必须检查有无过氧化物存在,若有,必须除去后方可进行实验。

(9) 对于易爆炸的固体,不能重压或撞击,对一些易爆炸的残渣,必须小心处理销毁。

3. 中毒的预防及处理

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒一般是通过皮肤接触或由呼吸道吸入而造成的。因此,预防中毒应做到以下几点:

(1) 实验前要了解药品性质,称量有毒药品时要戴乳胶手套,尽量在通风橱中操作,切勿使有毒药品触及五官和伤口处,量取完药品后立即盖上瓶盖。

(2) 反应过程中可能生成有毒气体的实验应加气体吸收装置,实验尽量在通风橱中进行。

(3) 剧毒药品必须妥善保管,严禁乱放,使用时应严格按照操作规程操作,实验后的有毒残渣必须妥善处理,不得乱丢。

(4) 用完有毒药品或实验完毕要用肥皂将手洗净。

如果已发生中毒,可按以下方法处理,并立即送医院救治。

(1) 溅入口中尚未咽下者,应立即吐出,用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂。

(2) 腐蚀性毒物中毒。对于强酸,应先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏或鸡蛋清;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁或鸡蛋清。不论酸或碱中毒均需灌饮牛奶,不要吃呕吐剂。

(3) 刺激剂及神经性毒物中毒。先服用牛奶或鸡蛋清使之立即冲淡与缓和,再用硫酸铜溶液催吐,也可用手指伸入喉部促使呕吐。

(4) 吸入气体中毒者,将中毒者移至室外空气新鲜的地方,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

4. 灼伤的预防及处理

皮肤接触高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些药品时,应戴好防护手套和眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

(1) 被热水烫伤。一般在患处涂上红花油,再擦烫伤膏。

(2) 被碱灼伤。若碱液溅在皮肤上,先用大量水冲洗,再用1%~2%乙酸或饱和硼酸溶液冲洗,然后用水冲洗,最后涂上烫伤膏;若碱液溅入眼睛,抹去溅在眼睛外面的碱,立即用大量水冲洗,并及时去医院治疗。

(3) 被酸灼伤。若酸液溅在皮肤上,先用大量水冲洗,再用1%~2%碳酸氢钠溶液冲洗,然后涂上烫伤膏;若酸液溅入眼睛,抹去溅在眼睛外面的酸,立即用大量水冲洗,并及时去医院治疗。

(4) 被溴灼伤。若溴溅在皮肤上,应立即用大量水冲洗,再用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

5. 割伤的预防及处理

玻璃仪器是有机化学实验最常用的仪器,玻璃割伤是实验室常见的事故。使用玻璃仪器时应注意以下几点:

(1) 用玻璃管连接仪器或插入温度计时,插入端蘸上一点水或甘油,以起到润滑作用。

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利,使用前要用火烧圆滑,或用锉刀锉圆滑。

(3) 割伤后应先将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水洗净,轻伤可用创可贴贴在伤口处,严重割伤导致大量出血时,应在伤口上方5~10 cm处用绷带扎紧或用双手掐住,立即送医院处理。

1.3 有机化学实验常用玻璃仪器及装置

1.3.1 有机化学实验常用玻璃仪器

有机化学实验常用玻璃仪器包括普通玻璃仪器和标准口玻璃仪器两种,如图1-1和

图 1-2 所示。



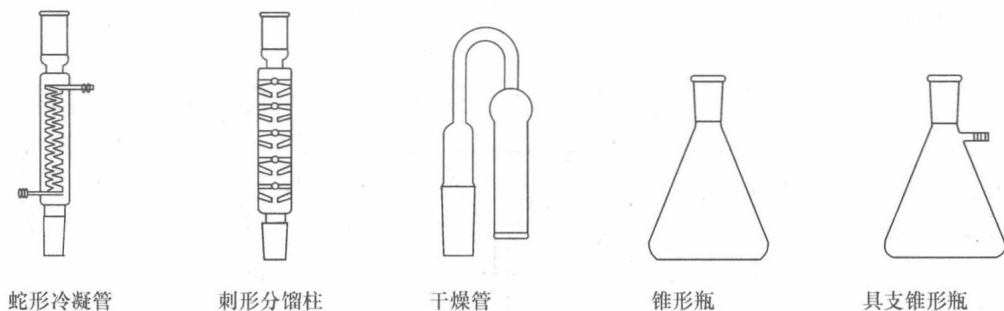


图 1-2 有机化学实验常用标准口玻璃仪器

标准口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于磨口和磨塞的标准化和系统化,同类规格的接口可以任意互换,而不同规格的磨口则可以通过大小口接头连接,从而组成各种成套的实验装置。常见的标准接口有 10、12、14、16、24、29、34 等,这些编号是指磨口最大端直径(单位为 mm,取最接近的整数)。

1.3.2 玻璃仪器的使用、洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的使用

玻璃仪器具有耐温、耐腐蚀及价格便宜等特点,广泛应用于有机化学实验。使用玻璃仪器必须注意以下几点:

- (1) 玻璃仪器容易破碎,使用时要轻拿轻放。
- (2) 标准磨口仪器磨口应保持洁净,不能沾有固体物质,否则会密封不严甚至会损坏磨口。
- (3) 使用磨口仪器时,磨口处一般无需涂润滑剂,以免粘有反应物或产物。但在反应中若使用强碱,需涂润滑剂,以防磨口连接处粘连。减压蒸馏时,磨口连接处需涂真空脂,以保证密封。
- (4) 使用温度计时,禁止用冷水冲洗热温度计,以免炸裂,也不能将温度计当搅拌棒使用。

不同玻璃仪器的使用范围参见表 1-1。

表 1-1 有机化学实验常用玻璃仪器的使用范围

玻璃仪器	主要用途	使用方法及注意事项
烧杯	加热溶液、浓缩溶液及溶液混合和转移	反应液不得超过烧杯容量的 2/3
量筒	量取液体	切勿加热,不可量取热溶液
锥形瓶	储存液体、混合溶液及加热少量溶液	不能用于减压蒸馏
圆底烧瓶	反应、回流加热及蒸馏	液体的量通常占烧瓶容量的 1/3~2/3
三口烧瓶	反应、回流加热及蒸馏	液体的量通常占烧瓶容量的 1/3~2/3
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	—
冷凝管	蒸馏和回流	—

续表

玻璃仪器		主要用途	使用方法及注意事项
接收管	常压蒸馏	—	—
真空接收管	减压蒸馏	—	—
分馏柱	分馏多组分混合物	—	—
恒压滴液漏斗	反应体系内有压力,使液体顺利滴加	—	—
分液漏斗	溶液的萃取及分离,也可用于滴加液体		使用时注意检查密闭性
抽滤瓶	减压过滤		不能加热,及时倒出瓶中液体
布氏漏斗	减压过滤		滤纸略小于漏斗内径
熔点管	测熔点		一般盛装石蜡油、硅油或浓硫酸
干燥管	装干燥剂,用于无水反应装置		防止干燥剂掉入反应瓶

2. 玻璃仪器的洗涤

有机化学反应使用的玻璃仪器必须干净。洗涤方法一般使用水、去污粉,玻璃仪器污垢去除后,用自来水冲洗干净。如要求洁净度比较高时,使用蒸馏水冲洗两三次。

对于使用去污粉不能去除的污染物,可选用适当的洗液洗涤。如果是酸性污垢,用强碱洗液洗涤,反之亦然。有机污垢可用强碱或有机溶剂洗涤。对于非常难去除的污染物,可使用铬酸洗液。

3. 玻璃仪器的干燥

有机化学实验用玻璃仪器大多需要干燥,因此要养成实验后立即清洗仪器并干燥的习惯,干燥的方法主要有以下几种:

- (1) 自然风干。把洗净的仪器放在通风处自然干燥。
- (2) 烘干。使用电热干燥箱烘干,烘干时注意仪器口向上,有带活塞的仪器必须取下活塞,烘箱的温度一般保持在 100~105 ℃,烘干时间约为 0.5 h,烘箱温度降到室温时可取出。
- (3) 吹干。有时玻璃仪器洗涤后如急需使用,可用电吹风或气流烘干器吹干。

1.3.3 常用有机化学实验装置

有机化学实验用各种装置大多是由玻璃仪器组装而成,实验中正确选择仪器及正确安装是做好实验的前提。

1. 选择仪器的主要原则

- (1) 烧瓶的选择。根据液体的体积而定,一般液体体积应占烧瓶容积的1/3~2/3;水蒸气蒸馏时,液体体积不应超过烧瓶容积的 1/3。
- (2) 冷凝管的选择。一般回流操作使用球形冷凝管,蒸馏采用直形冷凝管,液体沸点大于 140 ℃时使用空气冷凝管。