

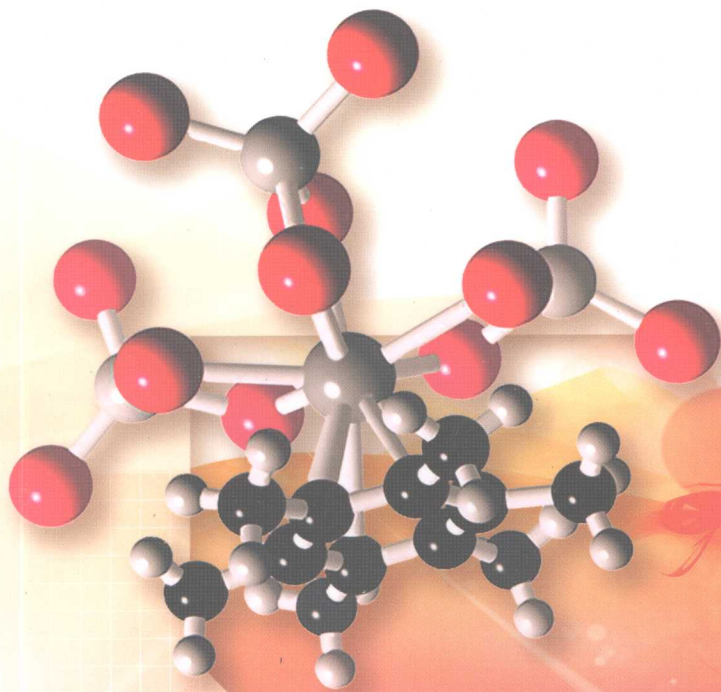
高等学校教材

有机化学实验

Experimental Organic Chemistry

袁华 尹传奇 主编

(双语版)



化学工业出版社

高等学校教材

有机化学实验

Experimental Organic Chemistry

(双语版)

袁 华 尹传奇 主编

陈世清 杜治平 邓惠文
傅 晶 吴 莉 张富青 编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材在选材中以经典、实用为度,在编写过程中,注意体现“基础”二字。在基本实验技能训练中,重点介绍了熔点与沸点的测定、蒸馏、分馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏、加热和冷却、萃取和洗涤、重结晶、色谱等基本操作的原理和方法。所选择的21个实验项目涵盖了烯烃、卤代烃、醇、醚、酮、羧酸、酯、胺等的制备原理和方法,涉及取代、消除、氧化还原、酯化、酰化、缩合、歧化、重氮偶合、相转移催化等多种有机基本反应。本书在编写过程中融入双语教学内容,后半部分为相应实验的英文表述,为学生以后顺利阅读英文文献及撰写科技论文打下了基础。

本书可作为化学、化工、制药、生物、食品、高分子等专业的教材,也可供相关研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/袁华,尹传奇主编. —北京:化学工业出版社,2008.5
高等学校教材
ISBN 978-7-122-02840-2

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

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第067352号

责任编辑:宋林青 唐旭华
责任校对:李 林

装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 刷:北京永鑫印刷有限责任公司
装 订:三河市宇新装订厂
787mm×1092mm 1/16 印张9 字数221千字 2008年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:16.00元

版权所有 违者必究

前 言

本教材是根据国家化学基础课实验教学中心及湖北省化学实验教学示范中心有关有机化学实验课内容的基本要求编写的。

有机化学实验教学在化学化工类高等院校中占有重要的地位，它与有机化学理论教学相辅相成、不可分割。有机化学实验教学既是对有机化学理论教学的一个应用与验证过程，又是理论知识的一个巩固与升华的过程。有机化学实验基础知识和实验技能是化学化工及其相关专业学生必备的基本素质之一，是培养 21 世纪高素质的化学、化工类应用型人才的重要组成部分。

《有机化学实验》基本上是对高校相关专业低年级学生开设的，掌握有机化学实验基本原理和训练基本实验操作技能，是学生以后进行专业实验和专业工作的重要基础。根据多年来对有机化学及实验教学的积累，本教材对有机化学实验教学内容（基本操作和单元实验）进行了精选。在编写过程中，主要看重“基础”二字，体现在以下三个方面：

一、理论基础的巩固。选择的 21 个单元实验，涵盖烯烃、卤代烃、醇、醚、酮、羧酸、酯、胺等的制备原理和方法，同时涉及取代反应、消除反应、氧化还原反应、酯化反应、酰化反应、缩合反应、歧化反应、重氮偶合反应、相转移催化反应等多种有机基本反应以及傅-克反应、格氏反应和三乙反应三大有机反应。

二、基本实验技能的训练。从实验基本操作到单元实验，特别强调基本实验技能的训练，包括熔点与沸点测定、蒸馏分馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏、加热和冷却、萃取和洗涤、重结晶、过滤和干燥、薄层和柱色谱分离等基本操作的原理和方法。

三、融入双语教学内容。实行双语教学不仅有助于提高学生的专业英语水平，更是拓展学生视野、扩大交流领域，满足国家、地方、个人未来发展需要的重要措施。和理论教学相比，实验双语教学更为具体形象，易于执行。结合我校多年有机化学及实验双语教学的经验，本教材增加了有机化学实验英文内容，供选用。

无论是中文部分，还是英文部分，在组织教材内容时，按照由浅入深，从一般到特殊，在特殊中贯穿一般的原则进行内容编排。在中文单元实验部分，增加了各单元实验的流程图，整个实验过程因此简明扼要、一目了然；在附录 6 中增加了有机实验常用仪器试剂和词汇的中英文对照，便于教学；限于篇幅，英文部分的图例不再列出，Fig. 1-1 和中文部分图 1-1 相对应，以此类推。

本教材可供化学、化学工程与工艺、应用化学、工业分析、制药工程、生物工程、食品工程、工业催化、环境工程、精细化工、高分子材料等专业学生使用。

本教材由武汉工程大学、湖北省化学实验教学示范中心组织编写。由武汉工程大学化工与制药学院袁华和尹传奇主编，陈世清、杜治平、邓惠文、傅晶、吴莉、张富青等同志参编，付晓滨、章颖、邬茂等参加了部分工作。编写过程中，学校及学院领导和同事等给予了大力支持，并提出了很多有益的建议；同时参阅和借鉴了许多国内外有机化学实验的相关内容，在此编者深表谢意！

限于编者水平，存在的疏漏或不妥之处，恳请读者批评指正。

编者

2008 年 3 月于湖北武汉

目 录

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与基本要求	1
1.2 实验室安全常识	2
1.3 常规实验仪器设备	4
1.4 常用仪器的清洗、干燥和保养	8
1.5 有机合成实验仪器装配与常用装置	10
1.6 实验预习、实验记录和实验报告	13
1.7 有机化学实验文献	14
第2章 有机化学实验基本操作	18
2.1 熔点的测定	18
2.2 重结晶及过滤	21
2.3 蒸馏及沸点的测定	25
2.4 简单分馏	27
2.5 水蒸气蒸馏	29
2.6 减压蒸馏	31
2.7 加热和冷却	34
2.8 萃取和洗涤	35
2.9 干燥和干燥剂的使用	38
2.10 薄层色谱和柱色谱	41
第3章 有机化学单元实验	46
实验1 蒸馏及分馏 沸点的测定	46
实验2 重结晶及过滤 熔点的测定	47
实验3 环己烯的制备	50
实验4 1-溴丁烷的制备	51
实验5 2-甲基-2-丁醇的制备	53
实验6 相转移催化法合成苯甲醇	54
实验7 正丁醚的制备	56
实验8 环己酮的制备	57
实验9 苯乙酮的制备	58
实验10 苯甲酸的制备	60
实验11 己二酸的制备	61
实验12 肉桂酸的制备	62
实验13 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	63
实验14 乙酸正丁酯的制备	65
实验15 苯甲酸乙酯的制备	66
实验16 乙酰乙酸乙酯的制备	67

实验 17	乙酰苯胺的制备	69
实验 18	对甲苯胺的制备	70
实验 19	对氯甲苯的制备	71
实验 20	甲基橙的制备	73
实验 21	苯甲酸和苯甲醇的制备	75
Part 1	Chemical Laboratories	77
1.1	General Instructions in Organic Chemical Laboratories	77
1.2	Recording of Results	80
1.3	Hazards in Organic Chemistry Laboratories	81
1.4	Electrical Safety	83
1.5	Common Lab Equipment and Apparatus	83
Part 2	Basic Experimental Techniques	84
2.1	Determination of Melting Point (m. p.)	84
2.2	Determination of Boiling Point (b. p.)	85
2.3	Filtration	86
2.4	Recrystallization	87
2.5	Drying of Organic Solutions	90
2.6	Simple Distillation and Fractional Distillation	92
2.7	Steam Distillation	93
2.8	Vacuum Distillation	94
2.9	Thin Layer Chromatography (TLC)	94
2.10	Extraction	96
2.11	The Purification of Common Organic Solvents	97
Part 3	Experiments	104
3.1	Distillation and Determination of Boiling Point	104
3.2	Recrystallization and Determination of Melting Point	105
3.3	Synthesis of Cyclohexene	106
3.4	Synthesis of <i>n</i> -Butyl Bromide	107
3.5	Synthesis of 2-Methyl-2-Butanol	108
3.6	Synthesis of Benzyl Alcohol	109
3.7	Synthesis of di- <i>n</i> -Butyl Ether	109
3.8	Synthesis of Cyclohexanone	111
3.9	Synthesis of Acetophenone	111
3.10	Synthesis of Benzoic Acid	113
3.11	Synthesis of Adipic Acid	114
3.12	Synthesis of Cinnamic Acid	115
3.13	Synthesis of Acetylsalicylic Acid	116
3.14	Synthesis of <i>n</i> -Butyl Acetate	118
3.15	Synthesis of Ethyl Benzoate	119
3.16	Synthesis of Ethyl Acetoacetate	119
3.17	Synthesis of Acetanilide	120

3.18	Synthesis of <i>p</i> -Toluidine	121
3.19	Synthesis of 4-Chlorotoluene	122
3.20	Synthesis of Methyl Orange	124
3.21	Synthesis of Benzyl Alcohol and Benzoic Acid	125
附录		127
附录 1	常用元素的元素符号及其相对原子质量	127
附录 2	水在不同温度下的蒸气压	127
附录 3	常用有机物的沸点和密度	128
附录 4	常用酸碱溶液的质量分数和相对密度 (d_4^{20})	128
附录 5	常用有机溶剂的纯化	128
附录 6	有机实验常用仪器试剂中英文对照表	131
附录 7	常见官能团及试剂的缩写	133
主要参考书目		135

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与基本要求

有机化学是以实验为基础的科学，有机化学的理论、原理和方法都是在实践的基础上产生，又依靠理论与实践的结合而发展的。有机化学实验的主要目的是通过实验加强学生对有机化学理论的感性认识，训练学生掌握有机化学实验的基本操作技能，促进学生掌握有机化合物合成、分离、鉴定的基本方法，提高学生分析和解决实验过程中实际问题的能力。同时，有机化学实验也是培养学生理论联系实际的工作作风，实事求是、严谨求实的科学态度与良好工作习惯的一个重要环节。有机化学实验教学在化学化工类高等院校中占有重要的地位，它与有机化学理论教学相辅相成、不可分割。有机化学实验教学既是对有机化学理论教学的一个应用与验证过程，又是理论知识的一个形象化与深化的过程。有机化学实验知识和相关技能是化学化工及其相关专业学生必备的基本素质之一，是培养 21 世纪高素质的化学、化工类应用型人才的重要组成部分。

做好一次有机化学实验，要具有清晰的头脑 (Clear Head)、灵巧的双手 (Clever Hands) 和整洁的习惯 (Clean Habit)，可以总结为 C_3H_3 。

实验前，学生必须通过预习在头脑中建立对整个实验过程的轮廓。包括掌握有机化学实验的一般知识，了解实验室的安全及常用仪器设备的性能和使用方法；在开始实验之前必须认真预习有关实验内容，明确实验目的和要求，了解实验基本原理、内容和方法，制定好本次实验的实验计划。

实验过程中要勤于动手、勤于观察、勤于思考、勤于记录，养成整洁的习惯。实验课程是培养学生动手能力和思维能力的主要途径之一，包括实验装置搭建的灵巧规范、单元操作技巧的训练掌握、实验进程的合理安排、突发事件的沉着处理等。在实验过程中应养成及时记录的良好习惯，对观察到的现象和结果以及有关质量、体积、温度或其他数据，都应立即如实记录下来；实验台面应该经常保持清洁和干燥，称量药品要在指定的地方有序进行；需要放在台面待用的仪器应该整齐有序放置，不马上使用的仪器应保存在实验柜内；量取药品时试剂瓶的标签应朝向手心，量取完毕应及时盖好瓶盖；使用过的仪器要及时清洗；所有废弃的物质应分类放入废液缸或废物桶中，不能随意丢入水槽或下水道中；有异臭或有毒物质的操作必须在通风橱内进行等。

实验完成后，应计算产率，然后将记录本和产物、样品交给老师检查。清洗清点仪器，做好实验台面和实验室清洁卫生，检查水电是否关闭。课后根据实验记录认真完成实验报告。

为了保证实验的正常进行，学生必须遵守以下实验室规则：

- ① 进入实验室前必须做好实验预习报告。
- ② 实验室中应保持安静和遵守秩序。实验时要独立操作、认真观察、及时记录，不得擅自离岗，大声喧哗。按时完成实验，实验记录应经教师签字确认。
- ③ 严格按照操作规程和实验步骤进行实验。遵守操作规范，注意实验安全，服从教师

指导，发生意外事故应立即报告教师处理。

④ 保持实验室整洁。公用仪器或药品用完后应立即放归原处；实验过程中做到台面、地面、水槽、仪器清洁；实验结束后将实验台、实验室整理干净。

⑤ 爱护公物。损坏仪器必须立即报告教师按规定处理；严格药品用量，未经教师批准不得擅自重新称量药品进行实验；节约水电。

⑥ 做好清洁卫生。包括整理公用仪器药品，打扫实验室，清倒废物缸，检查水电气，关好门窗。

1.2 实验室安全常识

进行有机化学实验时，所用药品往往是有毒、易燃、具有腐蚀性或爆炸性的，所用仪器大部分是易碎玻璃制品，实验中常使用水、电或煤气，也经常需要高温、高压或低温、负压等操作。因此，在有机化学实验中，必须严格按照实验规程操作。如果违背实验操作规程，疏忽一些实验细节问题，就容易发生意外事故，如烧伤、烫伤、中毒、火灾或爆炸等。安全在于防范，只要重视安全问题，实验中严格按照实验操作规程进行，加强安全措施，大多数事故是可以避免的，有些事故发生后，如果及时正确地处理就会减小损失。下面介绍实验室安全守则和实验室事故预防和处理的常用知识。

1.2.1 实验室安全守则

① 实验开始前应认真检查仪器是否完整，实验装置是否正确稳妥，必要时在征求老师同意之后，再开始实验。

② 实验过程中不得擅自离开实验现场，要严密监视实验进行情况，观察实验现象是否异常，注意仪器有无炸裂或破损。

③ 进行可能发生危险的实验时，应该根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或手套。

④ 严禁在实验室内进食和吸烟，实验结束后要仔细洗手。

⑤ 易燃易爆物品应远离火源。熟悉安全用具放置位置和使用方法，如灭火器、沙箱和急救药品。安全用具不得挪作他用。

⑥ 实验中，各种药品、特别是毒害药品不得随意丢弃，废渣、废液和废气要按照规定处理，以免对环境和健康形成危害。

1.2.2 实验室事故的预防

1.2.2.1 火灾的预防和处理

实验室中的有机化学药品大多数易燃，着火是实验室常见事故之一。实验室应尽可能做好防火与灭火的准备工作。

(1) 防火的基本原则

① 有机化学实验室应尽量避免使用明火。使用易燃的溶剂要远离火源，不得采用烧杯或敞口容器盛装易挥发、易燃的溶剂，试剂瓶盛装液体不能过满。

② 实验中，不要使易燃蒸气泄露，液体加热过程中防止局部过热和暴沸，一般不得在密闭的容器中加热液体。

③ 处理大量的有机溶剂时，应尽量在通风橱内进行。

④ 严禁将易燃液体倒入下水道。

⑤ 使用金属钠、钾、铝粉和电石等药品时，应注意规范使用和存放，避免与水接触。

⑥ 实验室内不得存放大量易燃物品。

(2) 火灾的处理

实验室一旦失火，不要慌张，要沉着冷静，积极有序地参加灭火。一般可以采取如下措施：

① 切断火源。着火后，为防止火势蔓延，应立刻关闭煤气开关，切断电源，搬走易燃物质。

② 灭火。有机化合物失火要根据燃烧物特点进行扑救。

(a) 油类着火：要用沙子或 CO_2 灭火器灭火，也可以撒固体碳酸氢钠粉末。

(b) 电器着火：用二氧化碳或四氯化碳灭火剂灭火，因这些灭火剂不导电，不会使人触电。绝不能使用水或泡沫灭火器。

(c) 衣物着火：切勿奔跑，就地躺倒，滚动将火压熄，邻近人员可用毛毯或被褥覆盖其身上使之隔绝空气而灭火。

(d) 地面或桌面着火：如火势不大可用淋湿的抹布灭火；反应瓶内着火，可用石棉布盖上瓶口，使瓶内缺氧灭火。

总之，当失火时，应根据起火原因和现场情况，采取相应的方法灭火。灭火时，应该从火的四周开始向中心扑灭，并及时拨打 119 电话通报火警。

1.2.2.2 防爆

实验室经常会接触到一些易燃易爆的物质，如氢气、一氧化碳、乙烯、乙醚、过氧化物、高氯酸盐、叠氮化物、乙炔铜、三硝基甲苯等，这些物质受热或受震动可能发生爆炸。不当的高压或高真空操作也可能引起爆炸。

为了防止爆炸事故的发生，应注意以下几点：

① 保持室内通风良好，以防止可燃性气体或蒸气散失在室内空气中积累。当大量使用可燃性气体时，应严禁使用明火和可能产生电火花的电器。

② 强氧化剂和强还原剂必须分开存放，使用时轻拿轻放，远离热源。

③ 常压操作时，切勿在密闭体系中进行反应或加热；减压蒸馏各部分仪器要具有一定的耐压能力，不能使用锥形瓶、平底烧瓶或薄壁试管等。

④ 使用醚类化合物时要注意过氧化物的检查，因为过氧化物浓度高时，加热会引起爆炸。

⑤ 在进行高压反应时，一定要使用特制的高压反应釜，禁止用普通的玻璃仪器进行高压反应。

1.2.2.3 防灼伤

强酸、强碱、液氮、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、醋酸等物质，都会灼伤皮肤，应注意不要让皮肤与之接触，尤其防止溅入眼中。开启易挥发性药品的瓶盖时，必须先充分冷却后再开启，瓶口不能对人，以免由于液体喷溅而造成伤害。如遇瓶盖开启困难，必须注意瓶内物品的性质，切不可贸然用火加热或敲击瓶盖等。发生灼伤时应按下列要求处理：

① 轻微烫伤可在患处涂以油膏或鞣酸软膏、烫伤膏。

② 皮肤被酸液灼伤，立刻用大量水冲洗，然后用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤后，涂上油膏。眼睛里溅入酸液，先拭去眼外的酸液，然后用大量水冲洗，或用稀碳酸氢钠水溶液洗涤。

③ 皮肤被碱液灼伤，立刻用大量水冲洗，然后用饱和硼酸溶液或 1% 稀醋酸溶液洗涤后，涂上油膏。眼睛里溅入碱液，应先拭去眼外的碱液，然后用水冲洗，再用饱和硼酸溶液

或 1% 稀醋酸溶液洗涤。

④ 溴灼伤时，应立即用乙醇、石油醚等洗去溴，再用水冲洗，涂上甘油。

上述方法仅为暂时减轻疼痛的措施。如伤势较重，应尽快送医院就诊。

1.2.2.4 防中毒

大多数化学药品都有不同程度的毒性。有毒化学药品可通过呼吸道、消化道和皮肤进入人体而发生中毒现象。如 HF 侵入人体，将会损伤牙齿、骨骼、造血和神经系统；烃、醇、醚等有机物对人体有不同程度的麻醉作用；三氧化二砷、氰化物、氯化汞等是剧毒品，摄入少量会致死。因此预防中毒应做到：

① 称量药品时应使用工具，不得直接用手接触药品，尤其是剧毒药品。做完实验后，应洗手后再进食。任何实验药品禁止品尝。

② 使用和处理有毒或有腐蚀性物质时，应在通风橱中进行或加气体吸收装置，并戴好防护用品。

③ 发生中毒现象，应让中毒者及时离开现场，转移到通风良好的地方，并及时送往医院就诊。

1.2.2.5 安全用电

有机实验的加热、搅拌、减压、干燥等过程都需要用电，触电事故会严重危害生命和财产安全。为防止触电，应做到：

① 使用电器前，应检查电器是否完好，电源是否正确。

② 使用电器时，手要干燥，并严格防止水等与电器直接接触。

③ 修理或安装电器时，应先切断电源。

④ 电源裸露部分应有绝缘装置，电器外壳应接地线。

⑤ 不能让电源线绕在加热设备周围，不能用低压试电笔去试高压电。

⑥ 一旦有人触电，应首先切断电源，然后抢救。

1.3 常规实验仪器设备

1.3.1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

在标准磨口仪器未普及之前，有机化学实验常用的普通玻璃仪器见图 1-1。无机化学实验中用过的烧杯、试管等从略。

1.3.2 有机化学实验常用标准接口玻璃仪器

1.3.2.1 标准接口玻璃仪器

标准接口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于口塞尺寸的标准化、系统化，磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意对接，各部件能组装成各种配套仪器。当不同类型规格的部件无法直接组装时，可使用变径接头使之连接起来。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦，又能避免反应物或产物被塞子沾污；口塞磨砂性能良好，使密合性可达较高真空度，对蒸馏尤其减压蒸馏有利，对于毒物或挥发性液体的实验较为安全。标准接口玻璃仪器，均按国际通用的技术标准制造。当某个部件损坏时，可以选配。

标准接口仪器的每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志，表明规格。常用的有 10，12，14，16，19，24，29，34，40 等。

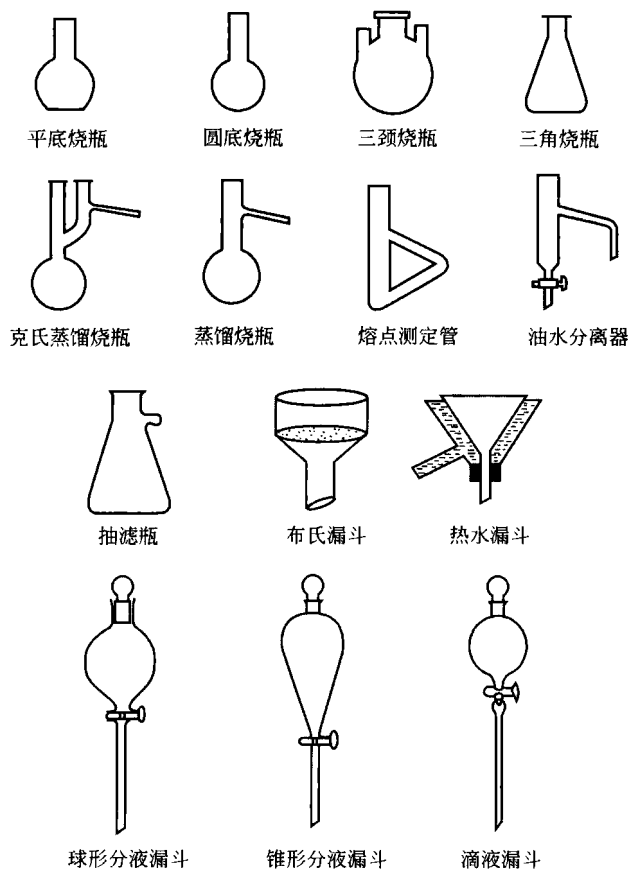


图 1-1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

下表是标准接口玻璃仪器的编号与大端直径：

编号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

有的标准接口玻璃仪器有两个数字，如 10/30，其中 10 表示磨口大端的直径为 10mm，30 表示磨口的长度为 30mm。

1.3.2.2 标准接口玻璃仪器简介

图 1-2 为有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器。

1.3.2.3 使用标准接口玻璃仪器注意事项

- ① 标准口塞应经常保持清洁，使用前宜用软布揩拭干净，但不能附上棉絮。
- ② 使用前在磨砂口塞表面涂以少量真空油脂或凡士林，以增强磨砂接口的密合性，避免磨面的相互磨损，同时也便于接口的装拆。
- ③ 装配时，把磨口和磨塞轻微地对旋连接，不宜用力过猛。但不能装得太紧，只要达到润滑密闭要求即可。
- ④ 用后应立即拆卸洗净。长期不使用时最好在磨口和磨塞之间夹入纸片，否则对接处常会粘牢，以致拆卸困难，损坏仪器。
- ⑤ 装、拆时应注意相对的角度，不能在有角度偏差时强行扭转。
- ⑥ 磨口套管和磨塞应该配套使用，不得随意调换。

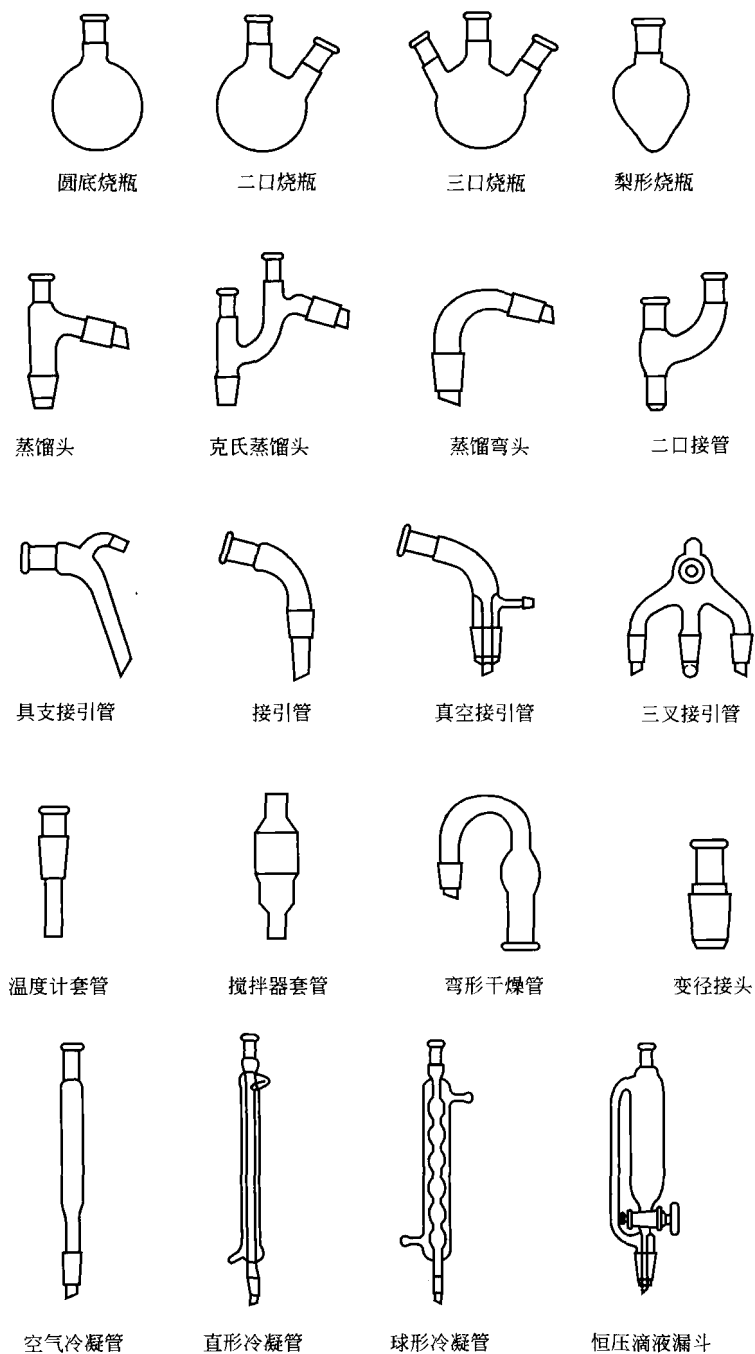


图 1-2 有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器

1.3.3 有机实验其他常用仪器设备

(1) 搅拌器

实验室常用的搅拌器有电动机械搅拌器和磁力搅拌器，如图 1-3 所示。电动机械搅拌器通过调速电机带动搅拌棒实现搅拌，用于黏度大或含有固体的反应体系的混合。磁力搅拌器是利用旋转磁场驱使反应容器内的磁子转动，达到搅拌的目的，同时可以加热、调速。磁力

搅拌器适用于体积小、黏度低、密闭体系的混合过程。

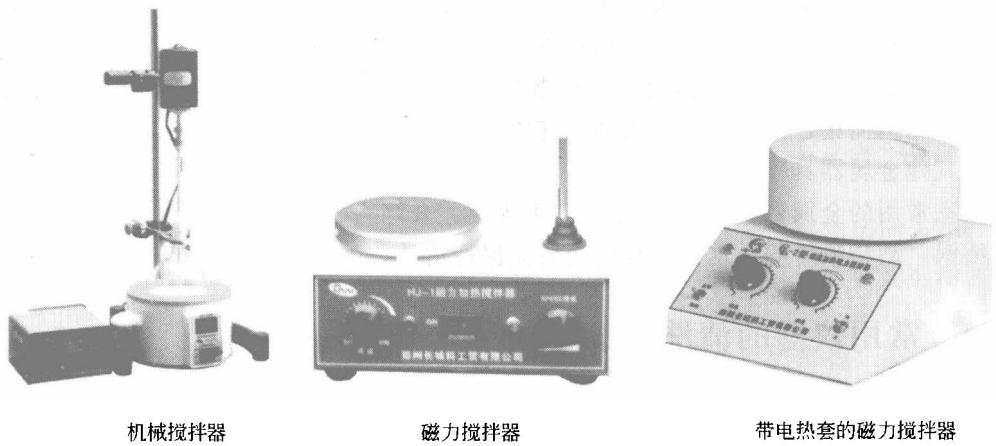


图 1-3 实验室常用搅拌装置

(2) 电热套

电热套是用玻璃纤维包裹电热丝编织成套状的一种加热器。用电热套对有机反应加热或蒸馏有机物时，不易引起火灾，热效率也较高，加热温度可用与之相连的调压变压器控制，是有机实验中常用的一种比较安全的加热装置。电热套有容积、加热功率不同的各种规格。

(3) 干燥箱

干燥箱是用来干燥玻璃仪器和药品的常用设备。实验室常用的干燥箱有普通干燥箱、恒温鼓风干燥箱、真空干燥箱（图 1-4）、红外干燥箱等。干燥箱的温度可通过电压调节控制，有腐蚀性以及挥发性易燃物或用有机溶剂清洗过的玻璃仪器不能放入干燥箱，以免引起火灾或腐蚀设备。

(4) 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪（图 1-5）是现代有机化学实验常用的仪器之一，主要用于浓缩蒸发溶剂等液体。蒸发器旋转时，料液会附于瓶壁形成薄膜，从而增大蒸发面积，蒸发均匀，速度加快，产物不易分解。旋转蒸发仪由电机带动可旋转的蒸发器（圆底烧瓶）、加热器、冷凝器和接受器组成，可进行常压或减压操作，可分批进料。

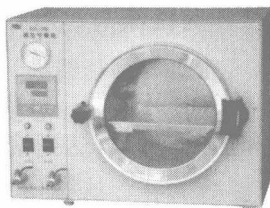


图 1-4 真空干燥箱

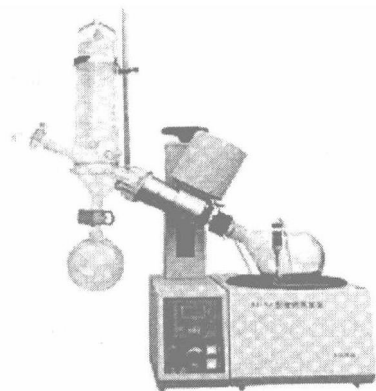


图 1-5 旋转蒸发仪

(5) 真空泵

真空泵是产生真空的设备（参见图 2-11）。实验室常用的有旋片式机械真空泵和循环水式喷射泵。旋片式真空泵工作稳定性和真空度较高，但维护复杂；循环水式真空泵的主体是金属或玻璃制的真空喷嘴，借助喷嘴和扩散管截面的变化，经水泵以高压流体通过形成真空，该设备结构简单，但真空度受水的蒸气压限制，无法形成高真空状态。

(6) 其他金属器具

实验室常用的金属器具有普通天平、铁架台、升降台、铁圈、铁夹、打孔器、金属药勺、水浴锅、酒精喷灯等。这些器具使用后应保持清洁，防止腐蚀生锈。

1.4 常用仪器的清洗、干燥和保养

1.4.1 常用仪器的清洗

进行有机化学反应时所用实验仪器必须清洁干燥。仪器是否清洁的标志是：加水倒置，水顺着器壁流下，内壁被水均匀润湿后留一层薄而均匀的水膜，不挂水珠。为了使清洗工作简便有效，最好在每次实验结束以后，立即清洗使用过的仪器。若放置时间过长，会因为不清楚污物性质或发生变化，增加洗涤困难。

有机化学实验中，最简单而常用的清洗玻璃仪器的方法，是用长柄毛刷（试管刷）和去污粉刷洗器壁，直至玻璃表面的污物除去为止，最后用水清洗干净。但用腐蚀性洗液洗涤时则不能用毛刷。洗涤玻璃器皿时不应用砂子等硬物，它会擦伤玻璃乃至破裂。一般方法难以洗净时，要根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗涤。如果是酸性污垢可用碱性洗液洗涤；如果是碱性污垢可用酸性洗液洗涤；有机污垢则用碱液或有机溶剂洗涤。几种常用洗液介绍如下。

(1) 铬酸洗液

铬酸洗液氧化性很强，对有机污垢破坏力很强。倾去器皿内的水，慢慢倒入洗液，转动器皿，让洗液充分浸润不干净的器壁，数分钟后把洗液倒回洗液瓶中，再用自来水冲洗器皿。如果器壁上沾有少量炭化残渣，可加入少量洗液，浸泡一段时间后再在小火上加热，直至冒出气泡，炭化残渣可被除去。注意，当洗液颜色变绿，表示洗液已经失效，不能倒回洗液瓶中。

(2) 盐酸

用浓盐酸可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

(3) 碱液和合成洗涤剂

配成浓溶液使用，可用于洗涤油脂和一些有机物（如有机酸）。

(4) 化学试剂清洗

对于胶状或焦油状的有机污垢，如用上述方法不能洗去时，可选用丙酮、乙醚、甲苯浸泡，但要加盖以免溶剂挥发。此外也可用 NaOH 的乙醇溶液作为洗涤剂。用有机溶剂作为洗涤剂时，必须回收溶剂，重复使用。

有机化学实验中还常用超声波清洗器来洗涤玻璃仪器，既省时又方便。只要把用过的仪器放入配有洗涤剂的溶液中，接通电源，利用声波的振动和能量，即可达到清洗仪器的目的。清洗过的仪器，再用水漂洗干净即可。

用于精制或有机分析用的器皿，除用上述方法处理外，还须用蒸馏水冲洗。但是，必须明确反对盲目使用各种化学试剂和有机溶剂清洗仪器，因为盲目使用各种化学试剂和有机溶

剂既造成浪费，又可能有潜在危险。

1.4.2 常用仪器的干燥

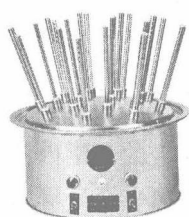
用于有机化学实验的玻璃仪器，除需要洗净外，常常还需要干燥。仪器的干燥与否，有时甚至是实验成败的关键。一般将洗净的仪器倒置一段时间后，若没有水迹，即可使用。有些实验须严格要求无水，否则会影响反应正常进行。干燥玻璃仪器的方法有下列几种：

(1) 自然风干

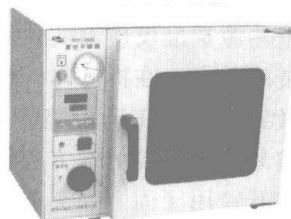
自然风干是指把已洗净的仪器放在干燥架上自然风干，这是常用且简单的方法。但必须注意：如玻璃仪器洗得不够干净，水珠不易流下，干燥较为缓慢，风干后会留有污迹。

(2) 烘干或吹干

把玻璃仪器放入烘箱内烘干，仪器口向上。带有磨砂口玻璃塞的仪器，必须取出活塞再烘干。烘箱内的温度保持在 $100\sim 155^{\circ}\text{C}$ 。已烘干的玻璃仪器最好先在烘箱内降至室温后再取出。切不可让很热的玻璃仪器沾上冷水，以免破裂。吹干是指用气流烘干机或用吹风机把仪器吹干，如图 1-6。



气流烘干机



(真空)干燥箱

图 1-6 常用玻璃仪器的干燥设备

(3) 有机溶剂干燥

急用时可用有机溶剂协助干燥，即往仪器内依次注入少量乙醇或乙醚，然后转动仪器让溶剂在内壁流动，全部润湿后倒出，再用电吹风吹干实现快速干燥。

1.4.3 常用仪器的保养

有机化学实验中各种玻璃仪器的性质是不同的，必须掌握它们的性能及保养和洗涤方法，才能正确使用，提高实验效果，避免不必要的损失。下面介绍几种常用玻璃仪器的保养和清洗方法。

(1) 温度计

温度计汞球部位的玻璃很薄，容易打破，使用时要特别小心。不能把温度计当搅拌棒使用，测量温度时应注意选择温度计的种类和量程，不能测定超过温度计的最高刻度的温度，亦不能把温度计长时间放在高温的溶剂中。温度计使用后要慢慢冷却，特别在测量高温之后，切不可立即用水冲洗，否则会破裂或使汞柱断裂开。使用后应悬挂在铁架上，待冷却后再洗净晾干、放回温度计盒内。

(2) 冷凝管

球形冷凝管一般用于反应回流，直型冷凝管和空气冷凝管一般用于蒸馏冷凝，其中温度超过 140°C 时使用空气冷凝管。冷凝管通水后较重，所以装冷凝管时应在冷凝管重心的地方用夹子固定，以免折倒。如内外管都是玻璃质的，则不适用于高温条件下使用。洗刷冷凝管时要用长毛刷，如用洗涤液或有机溶剂洗涤时，清洗后的冷凝管应放在干燥架

上晾干备用。

(3) 分液漏斗

分液漏斗的活塞和顶塞都是磨砂口的，若非原配，就可能不严密。所以，使用前应检漏，可适当涂上油脂润滑和密度；使用时要注意保护，不同的分液漏斗之间不要互相调换塞子。使用后一定要在活塞和顶塞的磨口间垫上纸片，以免长时间放置后粘连难以打开。

1.5 有机合成实验仪器装配与常用装置

1.5.1 有机合成实验仪器的装配

有机合成实验时，实验装置装配正确与否与实验成败有很大关系。

首先，在装配一套装置时，所选用的玻璃仪器和配件都要干净。否则，往往会影响产物的产量和质量。其次，所选用的器材要恰当。例如，在需要加热的实验中，如需选用圆底烧瓶时，其容积大小应为所盛反应物占其容积的 $1/2$ 左右为好，最多也不应超过 $2/3$ 。第三，装配时，应首先根据热源选准反应器的位置，并用铁夹固定反应器，然后按照先下后上、从左至右的顺序逐个装配起来，在拆卸时，按相反的顺序逐个拆卸。

仪器装配要求做到严密、正确、整齐和稳妥。在常压下进行反应的装置，应与大气相通，不能密闭；玻璃易碎，必要的地方应使用铁夹固定，铁夹的双钳内侧应贴有橡皮或绒布等，否则容易损坏仪器；用于固定铁夹的夹口应向上，以避免夹有玻璃仪器的铁夹滑脱；安装玻璃仪器时，切忌对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或扭歪。正确的实验装置既要合理实用，又要注意整齐美观。

1.5.2 有机合成实验常用装置

有机合成实验时，根据不同的化学反应和产物后处理的需要，往往要进行搅拌、回流、蒸馏、分馏、过滤、抽滤等基本单元操作，这些单元操作通常通过一定的玻璃仪器组合而成的实验装置来完成。

图 1-7 为常用回流反应装置。

大多数有机化学反应的反应时间比较长，往往需要加热才能完成，为了防止加热时蒸气外逸，通常要使用回流装置，反应过程中，蒸气不断蒸出，经冷凝管冷凝又回到反应器中继续参与反应。回流加热前应在反应器中先加入沸石，然后根据液体的沸点选择不同加热方式进行加热。冷凝水应下进上出或低进高出。回流速度应控制在蒸气上升高度不超过冷凝管高度的 $1/3$ 为宜。对于需要干燥的反应，可在冷凝管上端连接装有干燥剂的干燥管，以避免水分进入反应体系；反应过程如果有有毒有害气体产生，应加装气体吸收装置；反应过程需要添加液体反应物时，可加装滴液漏斗；反应过程需要分离产生的水分时可加装分水器。

有机反应比较慢，特别对于非均相反应，往往需要搅拌以保证反应物之间的充分接触，促进有机反应的完成。搅拌方式有机械搅拌、磁力搅拌等。根据不同反应的特点要求，在装置搅拌的同时，可在反应器上加装温度计、回流冷凝管、滴液漏斗等，如图 1-8 所示。

普通蒸馏、分馏装置如图 1-9 所示。蒸馏是分离两种以上沸点相差较大（一般大于 30°C ）的液体或去除有机溶剂的常用方法。蒸馏装置一般由汽化、冷凝和接收三个部分组