



高等学校“十一五”规划教材

有机化学实验

徐雅琴 杨 玲 王 春 主编
马敬中 主审

YOUJI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

高等学校“十一五”规划教材

有机化学实验

徐雅琴 杨 玲 王 春 主编
马敬中 主审



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书为高等学校“十一五”规划教材。全书由八个部分组成：有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作、有机化合物的制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的性质实验、微型有机化学实验、文献设计性实验及附录，共包括 69 个典型实验。书中对实验的难点和关键点有较详细的注解，每个实验后均有思考题。书后附录列出了有机化学实验常用英汉词汇及各类实验参考数据，以便查阅。

本书可供应用化学、化工、药学及相关专业不同层次的学生使用，也可供相关科技人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/徐雅琴, 杨玲, 王春主编. —北京:
化学工业出版社, 2010.8
高等学校“十一五”规划教材
ISBN 978-7-122-08604-4

I. 有… II. ①徐…②杨…③王… 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 (2010) 第 123071 号

责任编辑: 宋林青

文字编辑: 糜家铃

责任校对: 宋 夏

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 装: 化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张 12 字数 289 千字 2010 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: 22.00 元

版权所有 违者必究

《有机化学实验》编写人员

主 审 马敬中

主 编 徐雅琴 杨 玲 王 春

副 主 编 杨建奎 梁慧光 樊素芳 徐胜臻 黄长干 陈忠平

编写人员 (按姓氏笔画排序)

万郑凯 王丽波 王 春 刘 坚 刘书静

刘军安 刘海燕 李治龙 曲 斌 杨建奎

杨 玲 陈忠平 吴苏琴 张晓涛 周忠波

徐胜臻 徐雅琴 黄长干 梁慧光 樊素芳

前言

近年来,国内出版的《有机化学实验》教材种类繁多,每种教材各有其特色和针对性,但适合高等农业院校化学类专业的教材非常少。基于这一点,化学工业出版社组织了一些农业院校长期从事有机化学实验的教师,共同编写了这本高等学校“十一五”规划教材——《有机化学实验》。

全书由有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作、有机化合物的制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的性质实验、微型有机化学实验、文献设计性实验及附录八部分组成,共选编了69个典型实验。在保留经典的重要实验内容并吸收同类教材优点的同时,本教材具有以下突出特色。

1. 注重基础。全书立足于加强基本实验技术操作及基础训练,对重要的基本操作单独安排训练,并在后续实验中加以运用和巩固。

2. 增加教材的实用性。设计了一些具有知识性、趣味性、实用性的实验内容。使实验内容贴近生产、生活和科研实际。剔除陈旧、过时、重复性差和一般实验室难以进行的实验内容。

3. 教材中编排了微量、半微量实验。鉴于微型化学实验的明显优越性及其在近十几年来的迅速发展,本书特别列出微型有机化学实验一章,重点介绍微型有机化学实验的常用装置和基本操作。根据实验的类型、反应难易、步骤多少等编排了可供选做的微量、半微量实验。

4. 增加了文献设计性实验。文献设计性实验能够锻炼学生将已有的知识运用到实际中,为学生探索式学习提供了有效的舞台,有利于培养学生的科研素质和创新精神。

5. 为了启迪学生的发散思维,书中有些实验还列出多种方法,供学生和各校使用。

本书由东北农业大学徐雅琴、王丽波、曲斌,塔里木大学杨玲、李治龙、周忠波,河北农业大学王春、刘书静、刘海燕,湖南农业大学杨建奎,甘肃农业大学梁慧光,华中农业大学徐胜臻、刘军安,江西农业大学黄长干、吴苏琴,河南农业大学樊素芳、万郑凯,内蒙古农业大学张晓涛,海南大学刘坚,安徽科技学院陈忠平等十所高等院校的20位教师共同编写。教材的初稿经主编、副主编审阅、修改,华中农业大学马敬中教授仔细审校了全稿,大纲、统稿和定稿工作由徐雅琴教授负责完成。

本书在编写过程中得到了化学工业出版社和各编委所在学校的大力支持,东北农业大学教务部对本书的编写给予了资助。在编写过程中编者参考了国内外教材(见书后参考文献),并引用了其中的一些图、表和数据等,在此谨向他们表示衷心的感谢。

本教材的编写我们尽了自己的最大努力,但限于水平,疏漏之处在所难免,衷心希望使用本书的同行和读者予以批评和指正。

编者

2010年5月

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室的安全知识	1
1.2.1 实验室安全守则	2
1.2.2 有机化学实验室的安全知识	2
1.3 有机化学实验常用仪器和装置	4
1.3.1 有机化学实验常用普通玻璃仪器	4
1.3.2 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器	6
1.3.3 有机化学实验常用装置	7
1.3.4 仪器的装配	9
1.3.5 电器设备	9
1.4 常用玻璃器皿的洗涤和干燥	13
1.4.1 玻璃器皿的洗涤	13
1.4.2 玻璃器皿的干燥	14
1.5 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	14
1.5.1 预习	14
1.5.2 实验记录	15
1.5.3 实验报告的基本要求	15
1.5.4 实验报告的样例	16
1.6 有机化学实验常用资料文献与网络资源	17
1.6.1 工具书(手册、辞典)	18
1.6.2 参考书	19
1.6.3 常用期刊杂志	20
1.6.4 网络资源	21
第 2 章 有机化学实验基本操作	24
2.1 加热和冷却	24
2.1.1 加热	24
2.1.2 冷却	25
2.2 干燥	25
2.2.1 干燥的方法	25
2.2.2 液体有机化合物的干燥	26
2.2.3 固体有机化合物的干燥	27
2.2.4 气体的干燥	27
2.3 简单玻璃工操作	28
2.3.1 玻璃管的切割	28
2.3.2 玻璃管的弯曲	28
2.3.3 滴管的拉制	29
2.3.4 毛细管的拉制	29

2.3.5 玻璃钉的制作	30
2.3.6 弯制电动搅拌棒	30
实验 1 简单玻璃工操作	30
2.4 有机化合物物理常数的测定	31
2.4.1 有机化合物熔点的测定及温度计的校正	31
实验 2 熔点的测定	35
2.4.2 有机化合物沸点的测定	35
2.4.3 折射率的测定	36
2.4.4 旋光度的测定	39
2.5 液体有机化合物的分离和提纯	40
2.5.1 蒸馏	40
实验 3 工业乙醇的简单蒸馏	42
实验 4 无水乙醇的制备	43
2.5.2 简单分馏	44
实验 5 乙醇和水的分馏	46
2.5.3 减压蒸馏	47
实验 6 呋喃甲醛的减压蒸馏	49
2.5.4 水蒸气蒸馏	50
实验 7 从橙皮中提取柠檬烯	52
2.6 萃取	53
2.6.1 基本原理	53
2.6.2 液-液萃取	54
2.6.3 液-固萃取	55
2.7 固体有机化合物的提纯方法	56
2.7.1 重结晶	56
实验 8 工业苯甲酸粗品的重结晶	60
实验 9 用乙醇-水混合溶剂重结晶萘	60
2.7.2 升华	61
2.8 色谱法分离提纯有机化合物	62
2.8.1 薄层色谱	63
实验 10 薄层色谱分离偶氮苯和邻硝基苯胺	68
2.8.2 柱色谱	69
实验 11 柱色谱法分离偶氮苯和邻硝基苯胺	71
2.8.3 纸色谱	73
实验 12 纸色谱分离几种氨基酸	74
2.8.4 气相色谱	75
2.8.5 高效液相色谱	80
2.9 有机化合物红外光谱的测定	82
2.9.1 基本原理	82
2.9.2 红外光谱仪简介	84
2.9.3 红外光谱的测定方法	84
2.9.4 红外光谱的解析方法	85
第 3 章 有机化合物的制备	86
实验 13 环己烯的制备	86
实验 14 正溴丁烷的制备	87

实验 15	碘乙烷的制备	88
实验 16	2-甲基-2-己醇的制备	89
实验 17	三苯甲醇的制备	91
实验 18	乙醚的制备	93
实验 19	正丁醚的制备	94
实验 20	苯乙醚的制备	96
实验 21	苯乙酮的制备	97
实验 22	二苯酮的制备	98
实验 23	环己酮的制备	99
实验 24	苄叉丙酮的制备	100
实验 25	苯亚甲基苯乙酮的制备	101
实验 26	4-(2-呋喃基)-3-丁烯-2-酮的制备	102
实验 27	2-乙基-2-己烯醛的制备	103
实验 28	己二酸的制备	104
实验 29	肉桂酸的制备	105
实验 30	香豆素-3-羧酸的合成	106
实验 31	乙酰水杨酸的制备	108
实验 32	呋喃甲酸和呋喃甲醇的制备	109
实验 33	苯甲酸与苯甲醇的制备	110
实验 34	乙酸丁酯的制备	111
实验 35	乙酸乙酯的制备	112
实验 36	乙酸异戊酯的制备	114
实验 37	乙酰乙酸乙酯的制备	115
实验 38	乙酰苯胺的制备	116
实验 39	对溴乙酰苯胺的制备	117
实验 40	丁二酸酐的制备	118
实验 41	苯胺的制备	119
实验 42	对硝基苯胺的制备	120
实验 43	硝基苯的制备	122
实验 44	甲基橙的制备	123
第 4 章	天然有机化合物的提取	126
实验 45	从茶叶中提取咖啡因	126
实验 46	红辣椒中色素的分离	128
实验 47	菠菜叶色素的分离	129
实验 48	从黄连中提取黄连素	131
实验 49	从烟草中提取烟碱	133
实验 50	从花椒籽中提取花椒油	134
实验 51	花生油的提取	135
第 5 章	有机化合物的性质实验	137
实验 52	烃的性质	137
实验 53	卤代烃的性质	138
实验 54	醇和酚的性质	139
实验 55	醛和酮的性质	141

实验 56 羧酸及衍生物的性质	143
实验 57 胺的性质	145
实验 58 糖类物质的性质	147
实验 59 氨基酸和蛋白质的性质	149
第 6 章 微型有机化学实验	152
6.1 微型化学实验技术简介	152
6.2 微型有机化学实验的玻璃仪器	152
6.3 微型有机化学实验的常用装置和基本操作	154
6.3.1 微型简单蒸馏	154
6.3.2 微型回流	154
6.3.3 微型分馏	154
6.3.4 微型减压蒸馏和减压分馏	155
6.3.5 微型水蒸气蒸馏	155
6.3.6 微型过滤	156
6.3.7 微型萃取	157
6.3.8 微型升华	157
6.4 微型有机化合物的制备实验	157
实验 60 环己烯的制备	157
实验 61 二苯叉丙酮的制备	158
实验 62 苯甲醇和苯甲酸的制备	159
实验 63 甲基橙的制备	160
第 7 章 文献设计性实验	162
实验 64 稠杂环化合物苯并呋咱的制备	162
实验 65 O-甲基异脲醋酸盐的制备	163
实验 66 汽油抗震剂甲基叔丁基醚的制备	163
实验 67 葡萄糖酸钙的制备	164
实验 68 从奶粉中分离酪蛋白和乳糖	164
实验 69 从番茄中提取番茄红素及 β -胡萝卜素	165
附录	166
附录一 常用酸碱溶液的浓度	166
附录二 有机化学实验常用名词术语英汉对照表	166
附录三 常用共沸物的组成	167
附录四 常用试剂的配置方法	168
附录五 常见有机化合物的物理常数	170
附录六 常用溶剂和特殊试剂的纯化	172
附录七 危险化学试剂的使用和保存	178
参考文献	181

第 1 章 有机化学实验的一般知识

有机化学实验是有机化学学科的基础，是学习有机化学的一个重要部分。有机化学实验的目的是适应当前高等教育人才培养的要求，进行科学素质、知识能力和创新精神的培养。有机化学实验教学的基本任务是：

(1) 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，正确地进行有机物的制备、分离、表征及天然有机物的提取、分离和鉴定，培养学生严肃认真、实事求是的科学态度和良好的实验作风与习惯。

(2) 通过综合性、设计性和研究性实验，培养学生查阅文献的能力，分析问题和解决问题的能力，为相关后续课程的科研实践打下良好的基础。

本章主要介绍有机化学实验的一般知识，包括实验室规则、实验室安全知识、实验室常用的仪器和装置、有机化学实验文献介绍以及如何做好实验预习、实验记录和写好实验报告等。这些内容是学生必须掌握的有机化学实验的基本知识，在进行有机化学实验之前，要认真学习 and 深入领会这部分内容。

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行，保证实验课的教学质量，学生必须遵守下列规则。

(1) 实验前，认真预习有关实验内容及相关参考资料，写好预习报告，方可进行实验。

(2) 进入实验室应穿实验服，不允许穿拖鞋、短裤等裸露皮肤的服装进入实验室，严禁在实验室内吸烟和饮食。

(3) 进入实验室时，要熟悉实验室环境，知道水、电、气总阀的位置，灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。发生意外事故时要镇静，及时采取正确的应急措施并立即报告教师。

(4) 在实验过程中，保持实验室安静，不得擅自离开实验岗位。遵从教师的指导，严格按照操作规程和实验步骤进行实验。若要更改实验步骤必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细地观察实验现象，如实做好记录。

(5) 保持实验室的整洁。公用仪器用完后，放回原处；废纸和废液等应放在指定地点，严禁随地乱扔或倒入水池中，以免堵塞或腐蚀下水道。

(6) 实验结束后，将仪器洗净，搞好实验室卫生，然后检查水、电、气瓶是否关好，请指导老师检查、签字后方可离开实验室。

1.2 有机化学实验室的安全知识

有机实验所用药品一般都是易燃、易爆、有毒的，如果使用不当，可能发生着火、烧伤、爆炸和中毒等事故。此外所用仪器多为玻璃仪器，如不注意，不但会损坏仪器，还会造



成割伤。因此进行有机实验必须注意安全。

各种事故的发生通常是由于不熟悉仪器、药品的性能，未按操作规程进行实验或思想麻痹大意引起的。因此只要重视安全问题，严格操作规范，加强安全措施，事故是可以避免的。为了防止事故的发生和发生事故后及时进行有效处理，学生应了解实验室安全知识，并切实遵守。

1.2.1 实验室安全守则

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确，在征得指导教师同意之后方可进行实验。

(2) 实验进行时，要随时注意反应进行的情况和装置有无漏气和破裂等现象。

(3) 当进行有可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等，但不能戴隐形眼镜。

(4) 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。实验结束后要认真洗手。

(5) 熟悉安全用具如灭火器材、沙箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作他用。

1.2.2 有机化学实验室的安全知识

1.2.2.1 防火

引起着火的原因很多，如用敞口容器加热低沸点的溶剂、加热方法不正确等，均可引起着火。为了防止着火，实验中应注意以下几点。

(1) 不能用敞口容器放置和加热易燃、易挥发的化学药品，应根据实验要求和物质的特性，选择正确的加热方法。如对沸点低于 80°C 的液体，在蒸馏时，应采用水浴，不能直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。处理和使用易燃物时，应远离明火，注意室内通风，及时将蒸气排出。

(3) 易燃、易挥发的废物，不得倒入废液缸和垃圾桶中。量大时，应专门回收处理；量小时，可倒入水池用水冲走，但与水发生剧烈反应的除外。

(4) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 有煤气的实验室，应经常检查管道和阀门是否漏气。

(6) 一旦发生着火，应沉着镇静地及时采取正确措施，控制事故的发展。首先，立即切断电源，移走易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不用水进行扑救，因为一般有机物不溶于水或遇水可发生更强烈的反应而引起更大的事故。小火可用湿布或棉布盖熄，火势较大时，应用灭火器扑救。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。

目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时，拨出销钉，将出口对准着火点，将上手柄压下，干粉即可喷出。

二氧化碳灭火器也是有机实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体，适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。

虽然四氯化碳和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能，但四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气，而且与金属钠接触会发生爆炸。泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染，给后处理带来麻烦。因此，这两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器，都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火时，还可用沙子扑救，但容器内着火不宜使用沙子扑救。身上着火时，应就近在地上打滚（速率不要太快）将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑，以免造成更大



的火灾。

1.2.2.2 防爆

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有以下两种情况。

(1) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,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) 使用易燃、易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。

(2) 反应过于剧烈时,应适当控制加料速率和反应温度,必要时采取冷却措施。

(3) 在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。

(4) 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查反应装置是否被堵塞。如发现堵塞应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续进行实验。

(5) 减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接受瓶或反应瓶。

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

1.2.2.3 防中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到以下几点:

(1) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是毒品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风橱中进行或加气体吸收装置,并戴好防护用品。尽可能避免蒸气外逸,以防造成污染。

(3) 如果有毒物质溅入口中,要立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如已吞下,根据具体情况给以解毒剂,并送医院治疗。如果吸入有毒物发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,移到空气新鲜的地方,解开衣领及纽扣,严重者应及时送往医院。

1.2.2.4 防灼伤

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,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理。

(1) 被碱灼伤时,先用大量的水冲洗,再用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(2) 被酸灼伤时,先用大量的水冲洗,然后用1%的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。

(3) 被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,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。

(4) 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

(5) 以上这些物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量的水冲洗,并及时去医院治疗。

1.2.2.5 防割伤

有机实验中主要使用玻璃仪器。使用时,最基本的原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。



(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,正确操作如图 1-1(a)和(b)所示。图 1-1(c)和(d)的操作是不正确的。尤其是插入温度计时,要特别小心。

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利,使用时,要将断口处用火烧至熔化,使其呈圆滑状。

发生割伤后,应将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包好伤口。若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血。具体方法是:在伤口上方约 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送往医院。

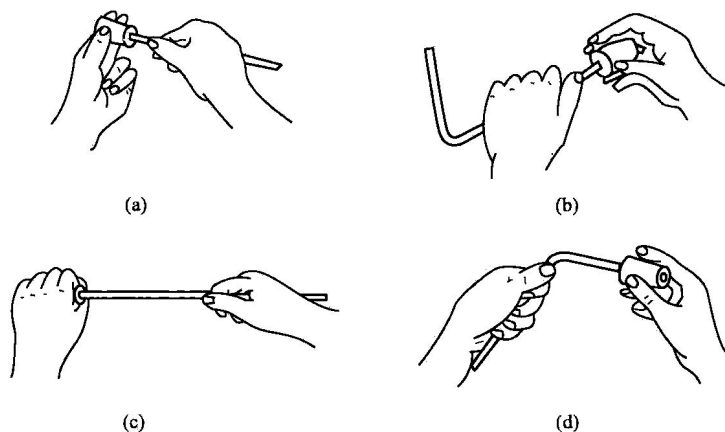


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

为处理事故需要,实验室应备有急救箱,内置有以下一些物品:

- (1) 镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带、橡皮膏;
- (2) 凡士林、创可贴、烫伤膏、玉树油、硼酸软膏;
- (3) 1%~2%的乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、医用酒精、红药水、龙胆紫等。

1.2.2.6 用电安全

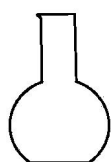
使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。为了防止触电,装置和设备的外壳等都应连接地线,实验结束后,应先切断电源,再将连接电源插头拔下。

1.3 有机化学实验常用仪器和装置

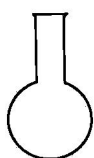
1.3.1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

图 1-2 是有机化学实验常用的普通玻璃仪器。在无机化学实验中用过的烧杯、试管等均从略。使用时要注意以下几点:

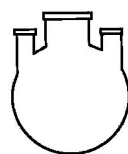
- (1) 除少数玻璃仪器(如试管等)外,都不能直接用火加热,一般要垫石棉网;
- (2) 厚壁玻璃仪器(如抽滤瓶等)不耐热,不能加热;锥形瓶不能减压用;广口容器(如烧杯)不能存放有机溶剂;计量容器(如量筒)不能高温烘烤;
- (3) 带活塞的玻璃器皿用过洗涤后,在活塞与磨口间垫上纸片,防止粘住;
- (4) 温度计不能用作搅拌棒,使用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冷却。



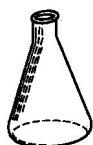
(a) 平底烧瓶



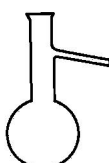
(b) 圆底烧瓶



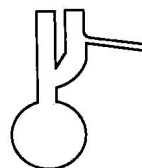
(c) 三口烧瓶



(d) 锥形瓶



(e) 蒸馏烧瓶



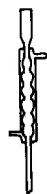
(f) 克氏蒸馏烧瓶



(g) 直形冷凝管



(h) 空气冷凝管



(i) 球形冷凝管



(j) 蛇形冷凝管



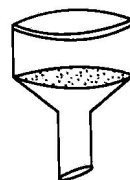
(k) 球形分液漏斗



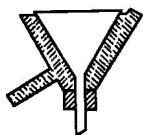
(l) 锥形分液漏斗



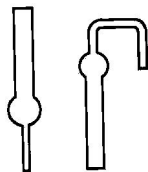
(m) 滴液漏斗



(n) 布氏漏斗



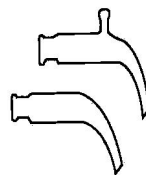
(o) 热水漏斗



(p) 干燥管



(q) 抽滤瓶



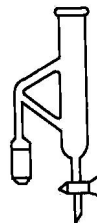
(r) 接液管



(s) 砂芯漏斗



(t) b形管



(u) 分水器

图 1-2 常用普通玻璃仪器



1.3.2 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器

1.3.2.1 标准磨口玻璃仪器

目前有机化学实验中广泛使用标准磨口玻璃仪器。这种玻璃仪器可以和相同编号的标准磨口相互连接，组装成各种配套仪器。使用标准磨口玻璃仪器不仅可省去配塞子和钻孔的时间，避免反应物或产物被塞子沾污的危险，而且装配容易，拆卸方便，并可用于蒸馏、减压蒸馏等操作，使工作效率大大提高。

标准磨口玻璃仪器口径的大小，常用数字编号表示，通常标准磨口有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等多种型号，这些数字指磨口最大端的直径的尺寸（单位：mm）。有



图 1-3 常用标准磨口玻璃仪器



的标准磨口玻璃仪器也常用两个数字表示磨口的大小,例如 10/30,10 表示磨口最大端的直径为 10mm,30 表示磨口的高度为 30mm。

编号不同的仪器可借助不同编号的磨口接头(变径)使之连接,通常用两个数字表示变径的大小,如接头 14×19,表示该接头的一段为 14 号磨口,另一段为 19 号磨口。半微量仪器一般为 10 号和 14 号,常量仪器磨口为 19 号以上。图 1-3 为有机化学实验制备用的标准磨口玻璃仪器。

1.3.2.2 使用标准磨口玻璃仪器注意事项

(1) 磨口处必须保持清洁,若沾有固体物质,会使磨口对接不严密,导致漏气,甚至损坏磨口。

(2) 一般使用时,磨口不需涂润滑剂,以免沾污反应物和产物。如反应中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而黏结,无法拆开。对于减压蒸馏,所有磨口都要涂真空脂,以免漏气。

(3) 安装磨口仪器时,注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则仪器易破裂。

(4) 用后应立即拆卸洗净。否则,对接处常会粘牢,以致拆卸困难。

(5) 洗涤磨口时,应避免用去污粉擦洗,以免损坏磨口。

1.3.3 有机化学实验常用装置

有机化学反应的完成常常需要特定的实验装置和条件,设计科学合理的实验装置可以克服有机反应中的不利因素,加快反应速率,提高产率。了解并掌握常用有机实验装置的安装和使用方法是对实验者的基本要求。现分别介绍有机实验中常用的回流、蒸馏、搅拌及气体吸收等基本操作的实验装置。

1.3.3.1 回流装置

在有机化学实验中,为了加快反应速率,通常需要对反应物进行较长时间的加热。在这种情况下,需用回流装置,见图 1-4。回流装置可以使反应物或溶剂的蒸气不断地在冷凝管内冷凝而返回反应器中,防止反应瓶中的物质逸出。图 1-4(a) 为最简单的回流装置;(b) 是可以隔绝潮气的回流装置;(c) 是用于吸收尾气的回流装置;(d) 是回流的同时可以除去反应系统中产生水的装置;(e) 是回流的同时可以滴加液体的回流装置。

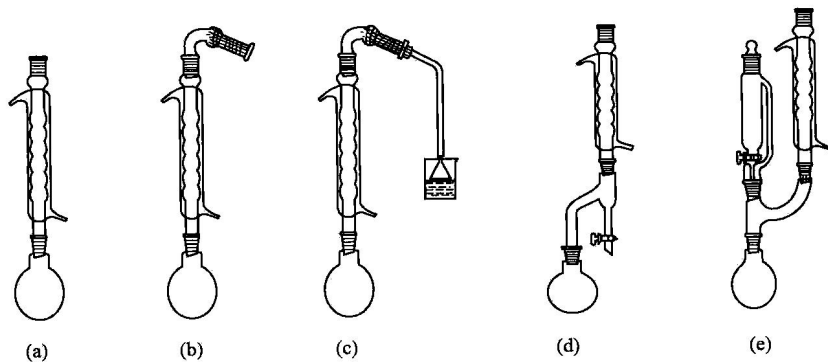


图 1-4 回流装置

回流加热前应先加入沸石,如果反应器装有搅拌的装置,可不用沸石。根据瓶内液体的沸腾温度,可选用电热套、水浴、油浴、石棉网等加热方式。通过热源调节,回流的速率应



控制在蒸气冷凝液浸润不超过冷凝管的两个球。

1.3.3.2 蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体 (30°C 以上) 的常用方法, 另外蒸馏还经常用于除去反应体系中的有机溶剂。图 1-5 是常用的蒸馏装置。图 1-5(a) 是最常用的蒸馏装置。如果蒸馏易挥发的低沸点液体时, 可将接液管的支管连上橡皮管, 通向水槽或室外; 如果蒸馏过程需要防潮, 可在接液管处安装干燥管。图 1-5(b) 是应用空气冷凝管冷凝的蒸馏装置, 常用于蒸馏沸点在 140°C 以上的液体。若使用水冷凝管冷却, 可能会由于温差过高而使冷凝管炸裂。图 1-5(c) 为蒸除大量溶剂的装置, 由于液体可自滴液漏斗中不断加入, 既可调节滴入和蒸出的速率, 又可避免使用较大的蒸馏瓶。

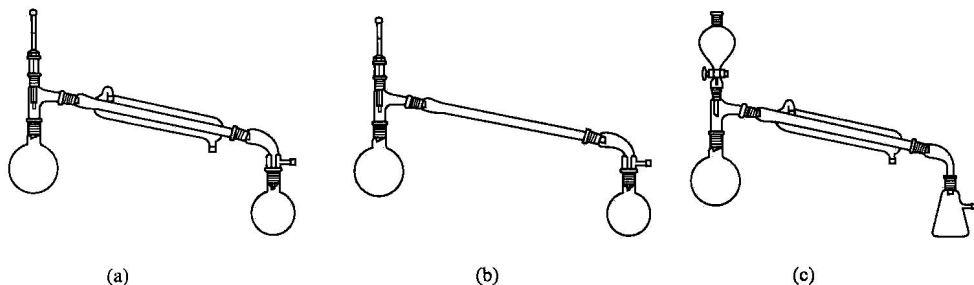


图 1-5 常用的蒸馏装置

1.3.3.3 气体吸收装置

气体吸收装置用于吸收反应过程中生成的有刺激性和有毒的气体 (如氯化氢、二氧化硫等), 见图 1-6。图 1-6 中的 (a) 和 (b) 可用于少量气体的吸收装置。图 1-6(a) 中的玻璃漏斗应略微倾斜, 使漏斗口一半在水中, 一半在水面上。这样, 既能防止气体逸出, 也可防止出现倒吸现象。当反应过程中有大量气体生成或气体逸出很快时, 可使用图 1-6(c) 所示装置, 水自上端流入 (可利用冷凝管流出的水) 抽滤瓶中, 在恒定的平面上溢出, 粗的玻璃管恰好深入水面, 被水封住, 以防气体进入大气。

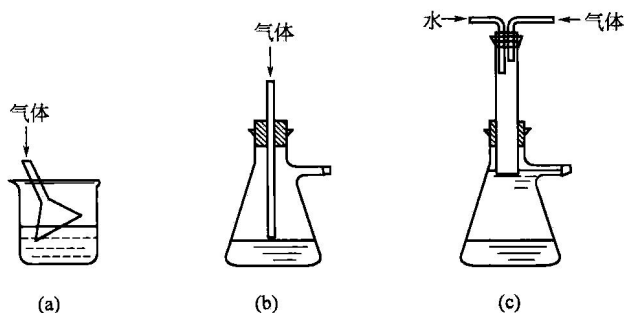


图 1-6 气体吸收装置

1.3.3.4 搅拌装置

搅拌是有机实验中常见的基本操作之一。反应在均相溶液中进行时, 一般可以不用搅拌, 但若在非均相反应或某些反应物需不断加入时, 为了尽可能迅速均匀地混合, 避免因局部过热而导致其他副反应发生, 则需进行搅拌。另外, 当反应物是固体时, 有时不搅拌可能会影响反应的顺利进行, 也需要进行搅拌。