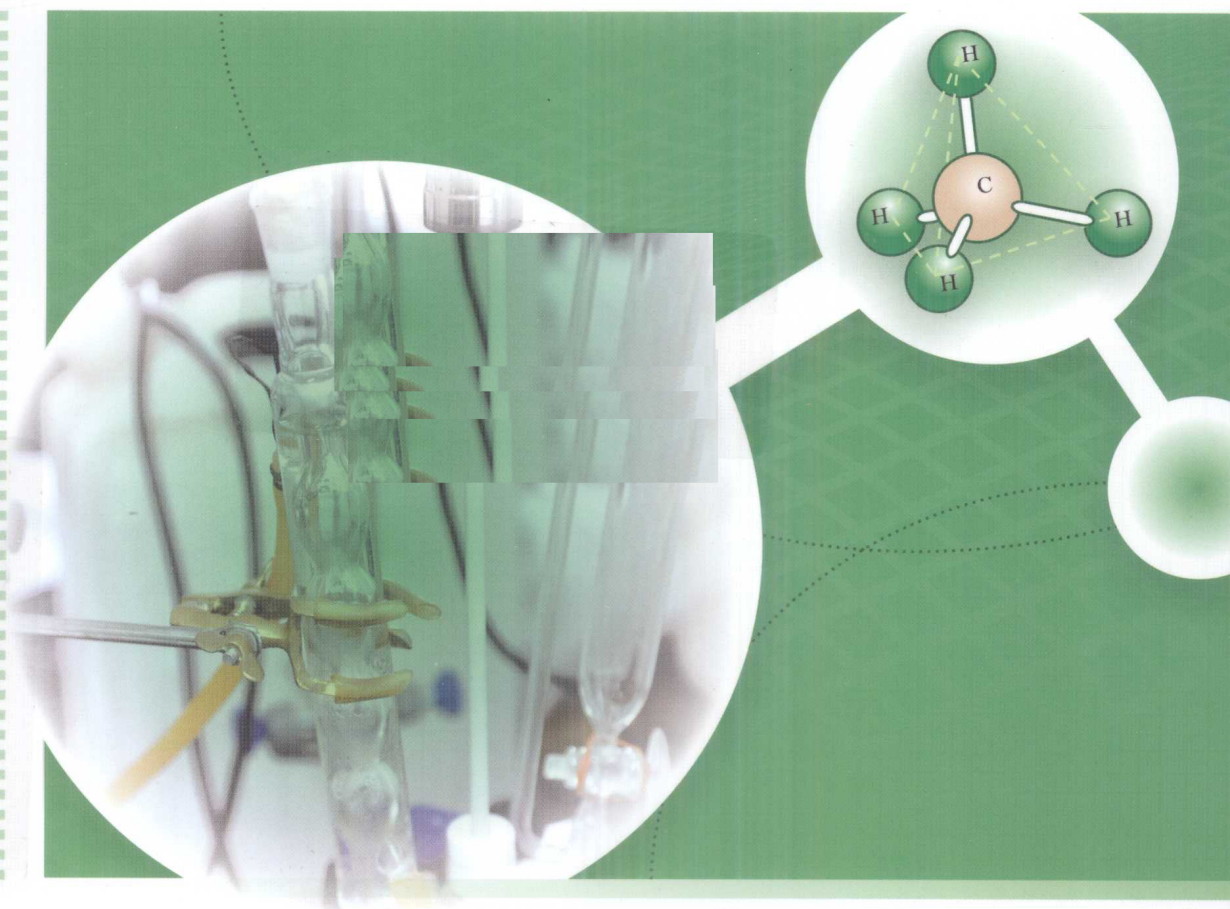


国家级实验教学示范中心教材

基础化学实验(II)

—— 有机化学实验

刘天穗 陈亿新 主编



化学工业出版社

国家级实验教学示范中心教材

基础化学实验(II)

—— 有机化学实验

刘天穗 陈亿新 主编
陈国术 樊亚鸣 谢丽琼 参编



化学工业出版社

北京

全书共分为六篇，主要包括基本操作技术、现代合成实验技术、基础合成实验、综合与探究性实验四大部分，共 70 个实验。以典型的有机反应为主线，在常规的实验技术和经典的合成实验基础上，增加应用性、序列化、小量化和绿色化实验、体现相关学科交叉渗透和反映化学学科新进展的综合性与设计性实验项目，引入现代合成实验技术。内容完整、多层次和逐步深化。

本书可作为高等院校化学、化工、轻工、食品、生物、环境、制药、材料等专业本科生有机化学实验教材，也可供相关专业研究生、从事相关行业的技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验 (II)——有机化学实验/刘天穗，
陈亿新主编. —北京：化学工业出版社，2010.8

国家级实验教学示范中心教材

ISBN 978-7-122-09048-5

I. 基… II. ①刘…②陈… III. ①化学实验-高等学校-教材②有机化学-化学实验-高等学校-教材
IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 129349 号

责任编辑：宋林青

文字编辑：刘志茹

责任校对：战河红

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：三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张 12 $\frac{1}{4}$ 字数 297 千字 2010 年 9 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：21.00 元

版权所有 违者必究

前 言

化学实验课程体系和实验内容、教学手段的改革与创新是在教学实践中不断完善与提高的。根据“一体化、多层次、分阶段”的教改理念，我们总结多年积累的教学实践经验，结合我校化学、应用化学、化学工程与工艺、食品科学与工程、生命科学与生物工程等专业的教学基本要求，编写了这本适合我校及普通高等院校相关专业使用的《有机化学实验》教材。本教材具有以下特点：

1. 编排以典型的有机反应为主线，简述反应类型的背景、应用和实验技术，结合“制备—分离—结构表征”的研究手段，构筑了“基本操作技术—基础合成实验—现代合成实验技术—综合与研究性实验”多层次的教材体系，形成综合、螺旋上升的教学思维模式。

2. 减少和合并了部分验证性内容，增加了应用性、小量化和绿色化实验，以及体现相关学科间交叉渗透、反映化学学科新进展的综合性与设计性实验项目，从注重培养学生对理论知识的理解记忆向培养学生的综合实践能力、创新能力方面转变。

3. 在介绍常规的实验技术基础上，引入了现代合成实验技术，如光化学合成、电化学有机合成、微波辐射技术、不对称催化技术，并强化了现代波谱技术在基础实验中的应用。

4. 每类型反应有 2~3 个实验项目供选用，教学内容注重完整性、多层次和逐步深化，以满足相关院校、同一教学平台的不同专业、不同层次学生的使用。

5. 基础性实验注重实验原理、实验操作、注意事项和注释；综合性、设计与探究性实验设定研究问题或实验探究，提高内容的深度，学科交叉并附上相关文献，拓宽学生的视野，供讨论式、开放式实验使用，也可供本专业研究生参考选用。

本书选编的内容远超过现在的教学时数，各学校、各相关专业可根据自己的专业特点、教学时数和教学要求，选择不同层次的内容。

本书可作为高等院校化学、化工、轻工、食品、生物、环境、制药、材料等专业本科生的有机化学实验教材，也可供相关专业研究生、从事相关行业的技术人员参考。

本书的出版受到“广州大学教育教学研究项目”及“广州大学教材出版基金”的资助，特此表示感谢！本书的编写参阅了国内外相关教材及文献资料并加以注释；古风强、赵汝颖、刘思欣、谢宝谊、丁伟、邱梦瑶、林家辉进行了部分实验的校核，在此一并致以诚挚的谢意！

限于编者水平，本书难免存在不妥之处，敬请读者批评指正。

编 者

2010 年 6 月于广州大学

目 录

第 1 篇 有机化学实验的一般知识	1
1.1 实验室安全	1
1.1.1 有机化学实验室的基本规则	1
1.1.2 有机化学实验室事故的预防与急救常识	1
1.1.3 化学药品的毒性及化学废弃物的排放	4
1.2 实验室常用仪器和设备	4
1.2.1 玻璃仪器的洗涤和干燥	4
1.2.2 常用电器设备	7
1.2.3 常用反应装置	9
1.3 实验预习、实验记录和实验报告	11
1.3.1 实验预习	12
1.3.2 实验记录	12
1.3.3 实验报告	12
1.4 化学化工手册和文献查阅	15
1.4.1 工具书和手册	15
1.4.2 化学期刊和化学文摘	16
1.4.3 Internet 化学化工资源	18
第 2 篇 基本操作技术	19
2.1 萃取	19
2.1.1 液-液萃取	19
2.1.2 液-固萃取	20
2.2 干燥	21
2.2.1 液体有机化合物的干燥	21
2.2.2 固体有机化合物的干燥	23
2.3 固体有机化合物的分离与纯化	23
2.3.1 过滤	23
2.3.2 重结晶	25
2.3.3 升华	28
2.4 液体有机化合物的分离与纯化	29
2.4.1 蒸馏	29
2.4.2 分馏	32
2.4.3 水蒸气蒸馏	33
2.4.4 减压蒸馏	35
2.5 无水无氧操作技术	38
2.6 色谱技术	39
2.6.1 纸色谱法	39

2.6.2	薄层色谱法	40
2.6.3	柱色谱法	42
2.6.4	气相色谱法	43
2.6.5	高效液相色谱法	44
2.7	有机化合物的物理常数测定	44
2.7.1	熔点的测定	44
2.7.2	沸点的测定	47
2.7.3	折射率的测定	47
2.7.4	旋光度的测定	49
2.8	结构表征的波谱技术	51
2.8.1	红外光谱	51
2.8.2	核磁共振谱	52
第3篇	基础合成实验	54
3.1	分子模型设计	54
3.1.1	构建构造异构体模型	55
3.1.2	构建立体异构体模型	56
3.2	自由基取代反应	57
3.2.1	环己烷的氯代反应	58
3.2.2	各级 H 原子在溴代反应中的相对活性	59
3.3	亲电加成反应	61
3.3.1	1,2-二溴乙烷的制备	61
3.3.2	1,2,3-三溴丙烷的制备	63
3.4	亲电取代反应	64
3.4.1	对二叔丁基苯的制备	65
3.4.2	苯乙酮的制备	66
3.5	亲核取代反应	68
3.5.1	叔丁基氯水解反应速率的测定	69
3.5.2	2-甲基-2-氯丙烷的制备	70
3.5.3	正丁醚的制备	71
3.5.4	β -萘乙醚的制备	73
3.6	消除反应	74
3.6.1	环己烯的制备	75
3.6.2	2-甲基-2-丁烯和 2-甲基-1-丁烯的制备	76
3.7	格氏反应	77
3.7.1	三苯甲醇的制备	78
3.7.2	2-甲基-2-丁醇的制备	80
3.8	酯化反应	82
3.8.1	乙酸乙酯的制备	82
3.8.2	苯甲酸乙酯的制备	84
3.9	缩合反应	85
3.9.1	肉桂酸的制备	87

3.9.2	乙酰乙酸乙酯的制备	88
3.9.3	安息香的辅酶法合成	90
3.10	狄尔斯-阿尔德反应	92
3.10.1	葱与马来酸酐的环加成	92
3.10.2	环戊二烯与对苯醌的环加成	93
3.11	氧化反应	93
3.11.1	环己酮的制备	94
3.11.2	己二酸的制备	96
3.12	还原反应	98
3.12.1	1-苯乙醇的制备	98
3.13	康尼查罗反应	99
3.13.1	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	99
3.13.2	苯甲醇和苯甲酸的制备	101
3.14	重氮化反应	102
3.14.1	甲基橙的制备	103
3.14.2	对氯甲苯的制备	105
3.15	杂环化合物的合成	107
3.15.1	8-羟基喹啉的制备	108
3.15.2	2-氨基噻唑的制备	109
3.16	外消旋体的合成与拆分	111
3.16.1	(±)- α -苯乙胺的合成	112
3.16.2	(±)- α -苯乙胺的拆分	113
3.17	天然产物的分离技术	114
3.17.1	酶解-水蒸气蒸馏法提取沙姜精油	115
3.17.2	溶剂法从黑胡椒中提取胡椒碱	116
3.17.3	从毛发中提取胱氨酸	117
第4篇	现代合成实验技术	119
4.1	相转移催化在有机合成中的应用	119
4.1.1	邻甲氧基苯酚相转移催化制备香兰素	120
4.1.2	相转移催化制备二茂铁	121
4.2	光化学反应在有机合成中的应用	123
4.2.1	苯频哪醇的光化学制备	124
4.2.2	马来酸酐光化二聚制备1,2,3,4-四羧酸甲酯环丁烷	126
4.3	薄层色谱技术在监测有机反应进程和分离技术中的应用	127
4.3.1	二苯基乙二酮的制备——薄层色谱监测反应的进程	128
4.4	电化学有机合成	129
4.4.1	Kolbe电解法合成十二烷	131
4.5	微波辐射技术	132
4.5.1	微波辐射合成对氨基苯磺酸	132
4.5.2	微波法提取黑胡椒油树脂及胡椒碱含量的测定	133
4.6	不对称催化技术	135

4.6.1 α -乙酰氨基肉桂酸的不对称常压氢化反应	137
4.7 组合化学在药物合成中的应用	138
第5篇 综合与探究性实验	140
5.1 解热镇痛药片 APC 各组分的合成与分离鉴定	140
5.1.1 阿司匹林的合成	140
5.1.2 非那西汀的合成	142
5.1.3 从茶叶中提取咖啡因	143
5.1.4 薄层色谱法对 APC 各组分的分离鉴定	145
5.2 磺胺药物的合成及抗菌试验	147
5.2.1 硝基苯的制备	148
5.2.2 苯胺的制备	149
5.2.3 乙酰苯胺的制备	151
5.2.4 对乙酰氨基苯磺酰氯的制备	153
5.2.5 对氨基苯磺酰胺的制备	155
5.2.6 磺胺吡啶的制备	157
5.2.7 磺胺噻唑的制备	159
5.2.8 磺胺药物的抗菌试验	161
5.3 避蚊剂 <i>N,N</i> -二乙基间甲苯甲酰胺的合成	162
5.4 在水相中进行的类似格氏反应研究	165
5.5 番茄酱中番茄红素和 β -胡萝卜素的提取及分析测定	166
第6篇 有机化合物官能团的定性鉴定	171
6.1 烯烃、炔烃的鉴定	171
6.2 芳烃的鉴定	171
6.3 卤代烃的鉴定	172
6.4 醇的鉴定	172
6.5 酚的鉴定	172
6.6 醛和酮的鉴定	173
6.7 羧酸及其衍生物的鉴定	173
6.8 胺的鉴定	174
6.9 糖类的鉴定	174
6.10 蛋白质的鉴定	175
附录	176
附录1 常用元素的相对原子质量(1997年)	176
附录2 常用有机溶剂的纯化	176
附录3 常用试剂的配制	180
附录4 制备实验中基本操作一览表	182
附录5 有机化学文献和手册中常见的英文缩写	184
主要参考书目	186

第 1 篇 有机化学实验的一般知识

有机化学实验的教学目标是对学生进行知识能力、科学素质和创新精神的培养。基本任务是使学生熟练地掌握有机化学实验的基本知识和基本技能，掌握典型的有机合成方法和规律，正确选择合成路线，进行有机化合物的制备、分离和分析鉴定。培养学生查阅资料、设计实验、发现问题、分析和解决问题的综合能力，实事求是的科学态度、认真细致的工作作风和相互协作的团队精神，具备一定的创新意识与创新能力。

1.1 实验室安全

1.1.1 有机化学实验室的基本规则

实验室是开展实验的工作场所。为了确保实验的顺利进行，不仅要具备敏捷的思维和熟练的实验技巧，也要养成良好的实验习惯。或许是一次小小的不规范操作，就容易与科学的正确结果失之交臂。因此，在第一次走进实验室时，就必须严格遵守化学实验室的规则和安全守则。

① 实验前做好一切准备，写出预习报告。

② 不准穿拖鞋进入实验室，应穿戴实验服，需要时采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。严禁在实验室内吸烟或吃食物。

③ 熟悉实验室及周围的环境，熟悉灭火器材、喷淋设备以及急救药箱的使用和放置地方。发生意外事故应及时采取应急措施，并立即报告教师处理。

④ 实验开始前应先检查仪器是否完好无损，装置是否正确稳妥。

⑤ 遵从教师的指导，按照实验步骤进行实验，严格遵守操作规程。不能随意更改或结束实验，必须征得教师的同意后方可决定。

⑥ 实验时要集中精力，仔细观察并做好记录，尊重实验结果。应保持安静和遵守纪律，不得擅自离开实验岗位。

⑦ 保持实验室和实验桌面的整洁，实验仪器及药品不能乱丢乱放。遵守公共实验台药品、器材取用规定，废弃物和回收溶剂应放在指定容器中统一处理。节约水、电和药品。

⑧ 实验结束后及时把仪器洗刷干净，并认真洗手。值日生打扫实验室，整理公用仪器和药品，倒净废物容器。检查水、电、煤气及门窗，报告教师后方可离开实验室。

1.1.2 有机化学实验室事故的预防与急救常识

有机化学实验中使用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性和挥发性的，甚至是有爆炸性的，使用的仪器大部分是玻璃制品，特殊条件下，还涉及高温高压如高压釜、钢瓶的使用等。因此，必须意识到有机化学实验室可能是一个危险的工作场所，充分认识药品的理化性质，了解潜在的危险，集中精力，严格按正确的操作规范进行实验，能对事故的预防起到重要的作用。同时，为了避免在事故发生后惊惶失措，还必须掌握一般事故的处理方法，把损失降低至最低限度。必须记住，如果发生严重事故，就再也没有弥补的机会了。

1.1.2.1 实验室事故的预防

(1) 眼睛的安全 如果有可能,在进实验室时都应佩戴护目镜。曾有这样的情况,在洗涤玻璃仪器时,只是由于一粒未被觉察的活性物质(如 Na 粒)发生爆炸,玻璃碎片就溅入了操作者的眼睛。蒸馏放置过久的乙醚,因存在过氧化物而未经处理,蒸干时也会发生过氧化物的爆炸。为了避免这类事故,始终带上安全眼镜是明智的。不要戴隐形眼镜,因有机溶剂会溶蚀隐形眼镜,对眼睛造成伤害。

(2) 火灾的预防 实验室中使用的有机溶剂大部分是易燃的,如乙醚、二硫化碳、正己烷、苯、乙醇、丙酮、乙酸乙酯等,防火的基本原则有如下几点。

① 在操作易燃的有机溶剂时应远离火源,当附近有露置的易燃溶剂时切勿点火。

② 勿将易燃液体化合物放置在敞开的容器内,勿直接加热低沸点易燃有机化合物,应使用水浴或电热套,也可使用蒸汽浴。

③ 绝不可以加热密封的实验装置(高压反应装置除外),因为加热而导致的压力增加会引起装置炸裂,引发火灾。

④ 可燃液体在加热蒸馏和回流时,应确保所有接头紧密且无张力。蒸馏时接引管的尾气出口应远离火源,特别对于低沸点物质如乙醚,应用橡皮管引入下水道或室外。

⑤ 用油浴加热,必须严格注意避免水的溅入。

⑥ 凡进行放热反应时,应准备冷水浴。一旦发现反应失去控制时即能将反应器浸在冷水浴中冷却。当用电热套对装置进行加热时,电热套应有足够的活动空间,以便在加热剧烈时能方便地拆卸移开。

⑦ 数量较大的易燃有机溶剂应放在危险药品柜中,存放时注意不得将其与某些强氧化剂如氯酸钾、浓硝酸、高锰酸钾等放在一起,因它们接触后会发生猛烈反应,引起燃烧或爆炸。

(3) 爆炸的预防

① 常压装置不能安装成密闭体系,应与大气相通。减压蒸馏时要用圆底烧瓶作接收器,不能用锥形瓶,否则,因受压不均匀而易发生破裂。

② 注意一些气体或有机溶剂的蒸气与空气相混时,在一定比例范围内,即便遇到一个热的表面或者一个火花、电花就会引起爆炸。

③ 在使用醚类物质时,必须用亚铁氰化钾检查有无过氧化物存在,如果有过氧化物存在时,应用硫酸亚铁除去过氧化物才能使用,以免发生爆炸。对于以过氧化物作引发剂的反应,在后续操作中应特别注意。

④ 卤代烷与钠的反应剧烈,易发生爆炸,应分隔放置。金属钠屑须存放在煤油或液体石蜡中。

⑤ 对于易爆炸的固体,如炔化银、炔化亚铜、三硝基甲苯等都不能重压或撞击,以免引起爆炸。残渣必须小心销毁,如炔化银、炔化亚铜可用酸使它分解而销毁,不得任意乱丢。

⑥ 进行可能爆炸的实验,使用可能发生爆炸的化学试剂时,必须做好个人防护。需戴面罩或防护眼镜,在通风橱中进行操作。并设法减少药品用量或浓度,进行微量或半微量实验。

(4) 玻璃割伤的预防 避免玻璃割伤的基本原则是切勿对玻璃仪器的任何部分施加过大的压力或张力。

① 当玻璃部件插入橡皮或软木塞时，务必将手握在玻璃部件靠近橡皮或软木塞的部位，应用水、甘油或其他润滑剂，并渐渐旋转，不可强行插入或拔出。

② 玻璃管的截断操作：锉痕时只能向一个方向，不能来回拉锉；锉出凹痕后，两手分别握住凹痕的两边，凹痕向外，两个大拇指分别按在凹痕后面的两侧，用力急速边压边拉。为了安全起见，常用布包住玻璃管，并尽可能远离眼睛，以免玻璃破碎伤人。

③ 玻璃管（棒）的锋利边口必须用火烧熔，使之光滑后方可使用。

(5) 因疏忽而混错的化学品 在使用贴有危险品警示图标的药品时，要特别小心谨慎。切勿将倒出的化学试剂倒回储瓶中，这是一种危险的行为。可能会因偶尔不慎把异物倒入或倒错试剂瓶，与瓶内化合物发生反应造成爆炸；也可能引进了杂质，导致下一个使用这种试剂的人实验失败。

1.1.2.2 实验室事故急救常识

(1) 火灾的处理 如果着火，切勿惊慌失措！首先应立即熄灭附近所有火源，拉断总电闸，移开附近任何易燃物质，并立即采取灭火措施。

若是烧瓶内少量溶剂着火或是酒精等易燃溶剂撒在桌面引起的小火，用石棉网或湿布盖住就可熄灭。若遇大火，就得视情况用沙子、灭火器灭火（注意：这种情况通常是带有破坏性的灭火，应遇到较大火灾时才使用）。有机化学实验室的灭火通常采用使燃着的物质隔绝空气的办法，千万不要用水浇，否则有机物漂浮在水的上面，扩散更快，会引起更大的火灾。

如果电器着火，应立即切断电源，用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。切记：在带电情况下，不能用水和泡沫灭火器，水能导电，易使人触电。

如果衣服着火，切勿奔跑，奔跑无疑等于扇火！应在地板上打滚（以免火焰烧向头部），或用浸湿的工作服将着火部位裹起来，或者直接用水冲淋。

(2) 割伤、烫伤处理 如果割伤，将伤口处异物（如玻璃屑）取出，用水冲洗伤口，涂上红汞药水后用纱布包扎。伤势严重者应先按紧主血管以防止大量出血，急送医院就医。

如果烫伤（包括沸水浴、油浴、灼热玻璃的烫伤）可涂抹玉树油、鞣酸油膏或烫伤油膏。

(3) 化学灼伤 与腐蚀性化学物品接触的皮肤应立即用肥皂和水充分洗涤，轻微的灼伤敷以灼伤油膏，严重的应去医院作进一步的医治。

溴引起的灼伤特别严重，应立即用水冲洗，然后用酒精擦洗至无溴液存在为止，再涂上甘油轻轻按摩并求诊。若眼睛受到溴蒸气的刺激，可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

如果酸（或碱）溅入眼睛，应立即用大量水冲洗，再用1%碳酸氢钠溶液（或1%硼酸溶液）洗后，最后滴入少许蓖麻油。

如果酸灼伤，立刻用水冲洗，然后用1%~2%碳酸氢钠洗，经水冲洗后涂烫伤油膏。

如果碱灼伤，立刻用水冲洗，然后用1%硼酸或1%~2%醋酸洗，经水冲洗后涂烫伤油膏。

(4) 中毒 在实验中，化学药品溅入或误入口腔，应立即用大量的水冲洗。如已进入胃中，应查明药品的毒性性质，再根据毒性的性质服用解毒药，并立即送往医院急救。

误吞强酸，先饮用大量水，再服氢氧化铝膏、鸡蛋白；对于强碱，也要先饮用大量水，再服醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶，不要吃呕吐剂。

如果发生刺激性及神经性中毒，先服牛奶或鸡蛋白使之冲淡缓和，再服用硫酸镁溶液（约10g溶于100mL水）催吐，并送往医院就诊。

吸入气体中毒者，应立即将中毒者抬至室外，解开衣领及纽扣，必要时作人工呼吸并及时送往医院急救。

为处理事故需要，实验室内应备有急救箱，内置有下列物品：绷带、纱布、脱脂棉花、橡皮膏、创可贴、医用镊子、剪子；凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏；2%醋酸、1%硼酸、1%~2%碳酸氢钠、3%双氧水、酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

1.1.3 化学药品的毒性及化学废弃物的排放

大部分有机化学药品有毒性。如含氯有机溶剂（例如 CH_2Cl_2 、 CHCl_3 、 $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$ 等）不易被人体排除和分解，在人体内积累过多时就会使肝脏变质，产生的后果与饮酒过多造成的肝硬化类似。经常过分的接触苯蒸气可能使人患白血病。还有一些溶剂（如氯仿、乙醚）是良好的麻醉剂，过多吸入就会产生睡眠症，随后还会使人感到恶心。另外，吡啶是一种奇臭气味的溶剂，能使人暂时乏力。

有机化学药品进入江河湖泊会毒害或毒死水中生物，引起生态破坏。一些有机化学药品会积累在水生生物体内，致使人食用后中毒。被有机化学药品污染的水难以得到净化，人类的饮水安全和健康受到威胁。

总之，有机化学药品的危险性与硫酸之类不相上下，只是有机溶剂的危险性更为隐蔽。处理时切勿掉以轻心，必须小心地按照规程操作。

严禁把废气、废液、废渣和废弃化学品等污染物直接向外界排放。学校不能自行处理的废弃物，必须交由环境保护行政主管部门认可、持有危险废物经营许可证的单位处置。提倡实验室采用无毒、无害或者低毒、低害的试剂，尽可能减少危险化学物品的使用。

使用化学药品时的注意事项：

① 切勿让化学物品不必要地与皮肤接触，特别注意避免伤口及创伤部位与毒品接触。不要用诸如丙酮、酒精之类有机溶剂洗涤皮肤上的化学品，因为这些溶剂能增加皮肤对化学物品的吸收速度。实验结束后应该认真洗手。

② 实验室通风应良好，尽可能地在通风橱内进行实验操作。如果反应过程中产生有害气体，则应安装有效的气体吸收装置。避免吸入化学物品，特别是有机溶剂的烟雾和蒸气。

③ 切勿用嘴尝试任何化学药品，除非是特定指明需作尝试的。

④ 化学物品一旦溅出，应立即采取相应的措施以清除溅出物。

⑤ 使用化学药品前，应查阅相关资料，了解其毒性及其他生理作用。

⑥ 使用有毒药品时，应认真操作，妥为保管。剧毒物质应有专人负责收发，并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣，必须作妥善而有效的处理，不准乱放。

1.2 实验室常用仪器和设备

1.2.1 玻璃仪器的洗涤和干燥

1.2.1.1 标准磨口仪

标准磨口，顾名思义，接口部位的尺寸大小都是统一，即标准化的。例如，14口、19

口、24 口指的就是磨口的最大端直径分别为 14mm、19mm 和 24mm（中量仪是 19 口）。而磨口是指瓶口通过磨砂而成，而且其材料都是采用硬质料的配方。使用这种仪器只要是相同尺寸的标准磨口，相互之间便可以装配吻合。对不同尺寸的磨口仪器，可以通过相应尺寸的大小磨口接头使之相互连接。与普通玻璃仪器相比，标准磨口仪器要贵得多，不过，由于标准磨口仪器的装配、拆卸非常方便，且密封性好，能避免物质被胶塞沾污，因而得到广泛的应用，是有机制备常用的仪器。常用标准磨口仪器见图 1.1。

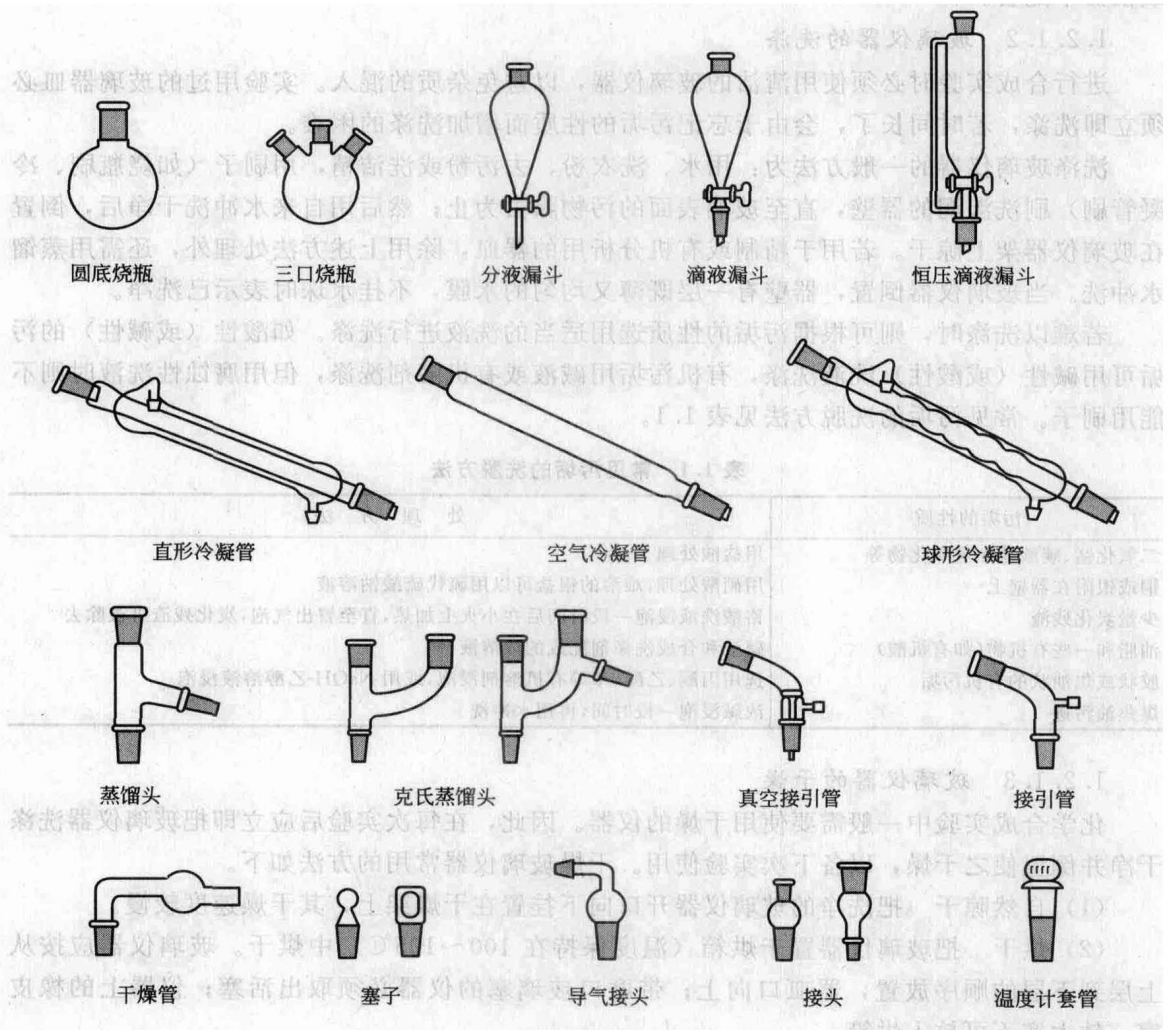


图 1.1 常用标准磨口仪器

注意事项：

① 磨口仪必须清洁无杂质，若粘有固体杂物，会使磨口对接不严密导致漏气，若有硬质杂物，更会损坏磨口。

② 一般情况下，磨口处不必涂润滑剂，以免沾污反应物或产物。如果用滴液漏斗或者三口烧瓶等盛装碱性溶液，则需涂润滑剂，以免磨口处因碱腐蚀玻璃而黏结在一起，无法拆开。减压蒸馏时，磨口应涂真空脂，以免漏气。

③ 使用完后应及时洗涤干净，否则磨口接处会粘住，难于拆除。

- ④ 具塞玻璃仪器（如滴液漏斗）不用时，应在旋塞与磨口间用纸片隔离开，以免粘牢。
- ⑤ 磨口仪器如果黏结在一起，不可使劲拆卸。可先用电吹风对着黏结接口处加热，然后再试着拆卸；或用水煮后再用木块轻敲塞子，使之松开。
- ⑥ 安装标准磨口仪器装置时，应注意装配正确、整齐、稳妥，使磨口的连接处不受歪斜的应力，否则易将仪器折断，特别是在加热时，仪器受热，应力更大。
- ⑦ 使用时应充分小心，因磨口仪器价格高，损失一个零件都会给使用带来困难，也造成仪器不配套。

1.2.1.2 玻璃仪器的洗涤

进行合成实验时必须使用清洁的玻璃仪器，以避免杂质的混入。实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤，若时间长了，会由于忘记污垢的性质而增加洗涤的困难。

洗涤玻璃仪器的一般方法为：用水、洗衣粉、去污粉或洗洁精，用刷子（如烧瓶刷、冷凝管刷）刷洗湿润的器壁，直至玻璃表面的污物除去为止；然后用自来水冲洗干净后，倒置在玻璃仪器架上晾干。若用于精制或有机分析用的器皿，除用上述方法处理外，还需用蒸馏水冲洗。当玻璃仪器倒置，器壁有一层既薄又均匀的水膜，不挂水珠时表示已洗净。

若难以洗涤时，则可根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗涤。如酸性（或碱性）的污垢可用碱性（或酸性）洗液洗涤，有机污垢用碱液或有机溶剂洗涤，但用腐蚀性洗液时则不能用刷子。常见污垢的洗脱方法见表 1.1。

表 1.1 常见污垢的洗脱方法

污垢的性质	处理方法
二氧化锰、碳酸盐和氢氧化物等	用盐酸处理
铜或银附在器壁上	用硝酸处理，难溶的银盐可以用硫代硫酸钠溶液
少量炭化残渣	铬酸洗液浸泡一段时间后在小火上加热，直至冒出气泡，炭化残渣可被除去
油脂和一些有机物（如有机酸）	碱液和合成洗涤剂配成的浓溶液
胶状或焦油状的有机污垢	选用丙酮、乙醚、苯等有机溶剂浸泡，或用 NaOH-乙醇溶液浸泡
煤焦油污迹	浓碱浸泡一段时间，再用水冲洗

1.2.1.3 玻璃仪器的干燥

化学合成实验中一般需要使用干燥的仪器。因此，在每次实验后应立即把玻璃仪器洗净并倒置使之干燥，以备下次实验使用。干燥玻璃仪器常用的方法如下。

(1) 自然晾干 把洗净的玻璃仪器开口向下挂置在干燥架上，其干燥速度较慢。

(2) 烘干 把玻璃仪器置于烘箱（温度保持在 100~105℃）中烘干。玻璃仪器应按从上层到下层顺序放置，器皿口向上；带磨口玻璃塞的仪器必须取出活塞；仪器上的橡皮塞、软木塞不可放入烘箱。

(3) 吹干 若需急用的玻璃仪器，可采用气流烘干机或电吹风快速吹干的方法。先将水尽量沥干，用少量丙酮或乙醇荡洗并倾出，冷风吹 1~2min，待大部分溶剂挥发后，再吹入热风至完全干燥为止。

1.2.1.4 玻璃仪器的保养

① 厚壁玻璃仪器如吸滤瓶受热易破裂，不可直接对其加热。计量类容器如量筒受热会影响计量的准确度，洗净后宜晾干而不宜置于高温下烘烤。

② 锥形瓶、平底烧瓶不耐压，不能用于减压操作。

③ 安装冷凝管时应将夹子夹在冷凝管重心的地方，以免翻倒。冷凝管用洗涤液或有机

溶液洗涤时，用软木塞塞住一端，不用时应直立放置，使之易干。

④ 砂芯漏斗一般用于抽滤酸性介质中的固体，在使用后应立即用水冲洗，难以洗净的污垢可用酸性洗液浸泡一段时间，再用水抽滤冲洗，必要时用有机溶剂洗涤。

⑤ 温度计水银球部位的玻璃很薄，容易破损，使用时要特别小心。不能用温度计当搅拌棒使用；不能测定超过刻度范围的温度；不能把温度计长时间放在高温溶剂中，否则，会使水银球变形，读数不准；温度计用后要让它慢慢冷却，特别在测量高温之后，切不可立即用水冲洗，否则会破裂或水银柱断裂，应悬挂在铁架上，待冷却后洗净抹干，放回温度计盒内，盒底要垫上一小块棉花。

1.2.2 常用电器设备

1.2.2.1 电子天平

电子天平是实验室常用的称量设备（见图 1.2），尤其在微量、半微量实验中必备，是一种比较精密的仪器，应注意维护和保养。

① 电子天平应放在清洁、稳定的环境中，以保证测量的准确性。勿将其放在通风、有磁场或产生磁场的设备附近，勿在温度变化大、有振动或存在腐蚀性气体的环境中使用。

② 要保持机壳和称量台的清洁，以保证天平的准确性。可用蘸有中性清洗剂的湿布擦洗，再用一块干燥的软毛巾擦干。

③ 不使用时应关闭开关，拔掉变压器。

1.2.2.2 电热套

电热套是有机实验中常用的间接加热设备。用玻璃纤维丝与电热丝编织成半圆形的内套，外边加上金属外壳，中间填上保温材料（图 1.3）。根据内套直径的大小分为 50mL、250mL、500mL 等规格，电热套容积一般与烧瓶容积相匹配，使用温度一般不超过 400℃。电热套具有不见明火、不易使有机溶剂着火、使用较安全、热效率高等优点。

使用时应注意不要将药品洒在电热套中，以免加热时药品挥发污染环境，同时避免电热丝被腐蚀而断开。用完后放在干燥处，否则内部吸潮后会降低绝缘性能。

1.2.2.3 磁力加热搅拌器

磁力加热搅拌器带有温度和转速控制旋钮，可同时进行加热和搅拌，由一根以玻璃或塑料密封的软铁（叫磁子）和一个可旋转的磁铁组成（见图 1.4）。将磁子投入盛有欲搅拌的反应物容器中，将容器置于内有旋转磁场的搅拌器托盘上，接通电源，由于内部磁铁旋转，使磁场发生变化，容器内磁子亦随之旋转，达到搅拌的目的。



图 1.2 电子天平

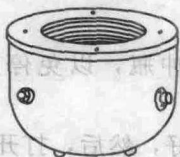


图 1.3 电热套

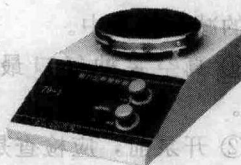


图 1.4 磁力加热搅拌器

1.2.2.4 电动搅拌器

电动搅拌器由机座、小型电动机和变压调速器几部分组成（见图 1.5），一般用于常量

的非均相反应时搅拌液体反应物。

① 应先将搅拌棒与电动搅拌器连接好，再将搅拌棒用套管或塞子与反应瓶固定好。

② 开动搅拌机前，应用手先空试搅拌机转动是否灵活，如不灵活，应找出摩擦点，进行调整，直至转动灵活，才接通电源，旋动调速运行。

1.2.2.5 调压变压器

调压变压器常用来调节电炉、电热套、红外干燥箱的温度、调整电动搅拌器的转速等。

① 接好地线，注意输入端与输出端切勿接错，不许超负荷使用。

② 使用时，先将调压器调至零点，再接通电源，然后根据加热温度或搅拌速度调节旋钮到所需要的位置，调节变换时应缓慢均匀。

③ 用完后，应将旋钮调至零点，并切断电源。

1.2.2.6 旋转蒸发器

旋转蒸发器由电机带动可旋转的蒸发器（圆底烧瓶）、冷凝器和接收器组成（见图1.6）。可在常压或减压下使用，可一次进料，也可分批吸入蒸发料液。由于蒸发器的不断旋转，可免加沸石而不会暴沸。蒸发器旋转时，液体附于壁上形成一层液膜，加大了蒸发面积，加快了蒸发速度。因此，是快速地浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。

旋转蒸发器许多部件是玻璃材质，在实验操作时应特别小心。



图 1.5 电动搅拌器



图 1.6 旋转蒸发器

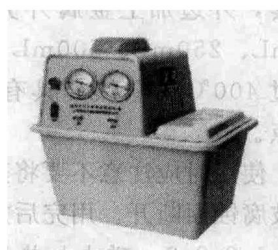


图 1.7 循环水真空泵

1.2.2.7 循环水多用真空泵

循环水多用真空泵（见图1.7）是以循环水作为流体，利用射流产生负压的原理而设计的，广泛用于蒸发、蒸馏、结晶、过滤、减压、升华等操作中。由于水可以循环使用，避免了直排水的现象，节水效果明显。因此，是实验室理想的减压设备，一般用于对真空度要求不高的减压体系中。

① 真空泵抽气口最好接一个缓冲瓶，以免停泵时水被倒吸入反应瓶中，使反应失败。

② 开泵前，应检查是否与体系接好，然后，打开缓冲瓶上的旋塞。开泵后，用旋塞调至所需要的真空度。关泵时，先打开缓冲瓶上的旋塞，拆掉与体系的接口，再关泵，切忌相反操作。

③ 有机溶剂对水泵的塑料外壳有溶解作用，所以，应经常更换（或倒干）水泵中的水，以保持水泵的清洁完好和真空度。

1.2.2.8 油泵

油泵是实验室常用的减压设备，它多用于对真空度要求较高的反应中。其效能取决于泵的结构及油的好坏（油的蒸气压越低越好），好的油泵能抽到 $10\sim 100\text{Pa}$ 以上的真空度。在用油泵进行减压蒸馏时，溶剂、水和酸性气体会造成对油的污染，使油的蒸气压增加，降低真空度，同时，这些气体可以腐蚀泵体。为了保护泵和油，使用时应注意做到定期换油；干燥塔中的氢氧化钠、无水氯化钙如已结成块状应及时更换。

1.2.2.9 烘箱

实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱，使用温度在 $50\sim 300^\circ\text{C}$ ，主要用于干燥玻璃仪器或无腐蚀性、热稳定性好的药品。使用时首先打开加热开关（一般开到1挡，需急速烘干时可开到2挡），然后设定好温度。

① 挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱内，以免发生爆炸。

② 刚洗好的仪器，应将水控干后再依次从上层往下层放入烘箱中，以防湿仪器上的水滴到其他已烘干的热仪器上造成炸裂。

③ 热仪器取出后，不要马上碰冷的物体如冷水、金属用具等。

④ 带旋塞或具塞的仪器，应取下塞子并擦去油脂后再放入烘箱中烘干。

1.2.3 常用反应装置

利用常用的标准磨口仪器基本“配件”，可以搭建出一般常规有机化学实验中所需要的实验装置，如回流、搅拌、气体吸收、蒸馏、分馏等装置。

1.2.3.1 气体吸收装置

气体吸收装置（见图1.8）用于吸收反应过程中生成的有刺激性和水溶性的气体（如 HCl 、 SO_2 等）。图1.8(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；图1.8(b)的玻璃管应略微离开水面。这样，既能防止气体逸出，亦可防止水被倒吸至反应瓶中。在烧杯或吸滤瓶中可装入一些气体吸收液，如酸液或碱液，以吸收反应过程中产生的碱性或酸性气体。

在采用气体吸收装置时应密切注意观察气体吸收情况。有时会因为反应温度的变化而导致体系内形成一定的负压，从而发生气体吸收液倒吸现象。解决的办法是保持玻璃漏斗或玻璃管悬在接近吸收液的液面上，使反应体系与大气相通，消除负压。

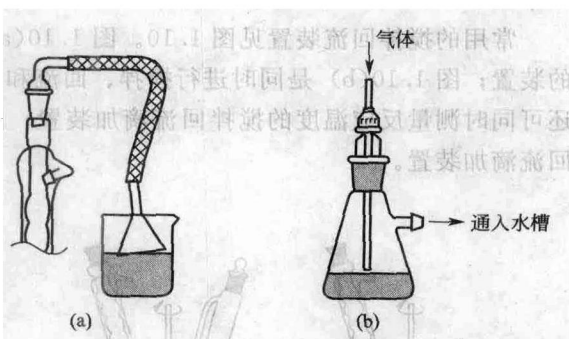


图1.8 气体吸收装置

1.2.3.2 回流（滴加）装置

很多有机化学反应需要在反应体系的溶剂或液体反应物的沸点附近进行，这时就要用回流装置（见图1.9）。图1.9(a)是普通加热回流装置；图1.9(b)是防潮加热回流装置；图1.9(c)是带有吸收反应中生成气体的回流装置；图1.9(d)为回流时可以同时滴加液体的装置；图1.9(e)为回流时可以同时滴加液体并测量反应温度的装置。

在回流装置中，一般多采用球形冷凝管。因为蒸气与冷凝管接触面积较大，冷凝效果较好，尤其适合于低沸点溶剂的回流操作。如果回流温度较高，也可采用直形冷凝管。当然，当回流温度高于 150°C 时就要选用空气冷凝管，因为球形或直形冷凝管在高温下容易炸裂。