

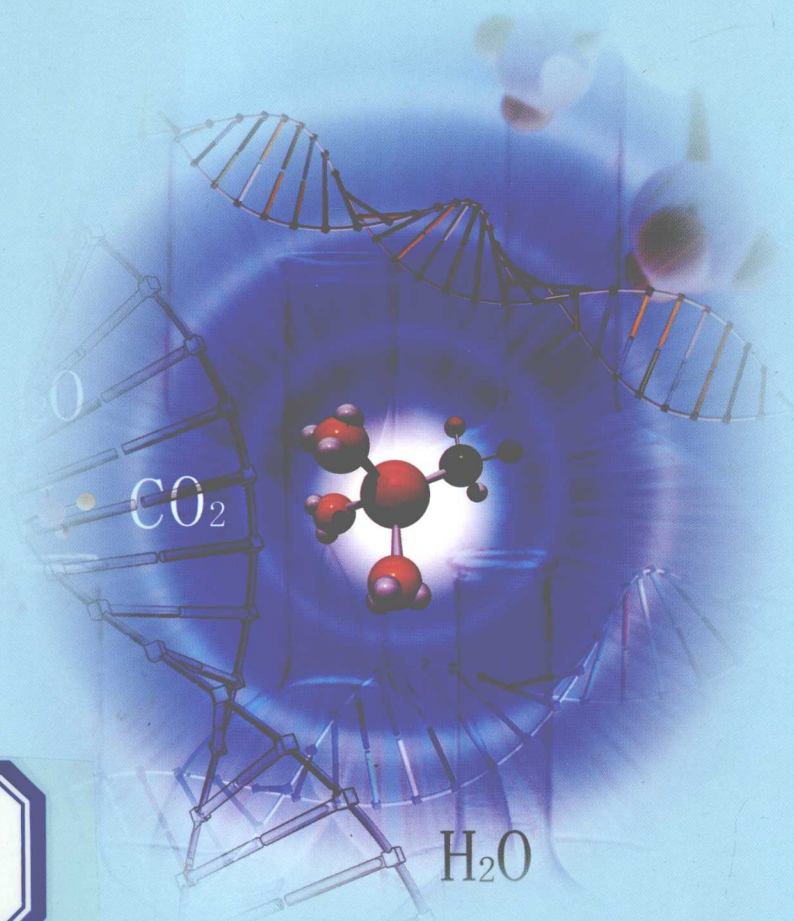
(第2版)

有机化学实验

Youjihuaxue Shiyan

(供药学、临床医学、预防医学等专业使用)

● 姜慧君 何广武 主编



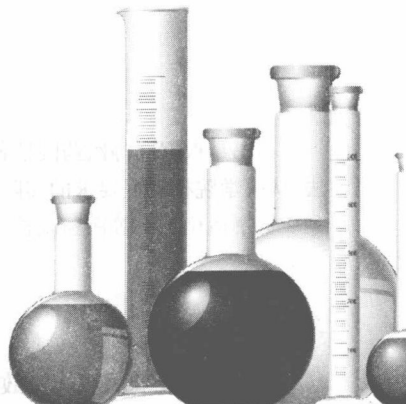
东南大学出版社
SOUTHEAST UNIVERSITY PRESS

九江学院图书馆



1566445

163170



(供药学、临床医学、预防医学等专业使用)

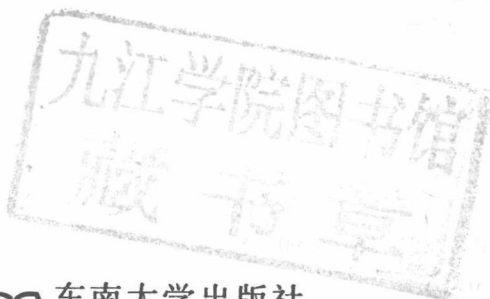
有机化学实验 (第2版)

姜慧君 何广武 主编



062-33

12650



东南大学出版社
SOUTHEAST UNIVERSITY PRESS

· 南京 ·

内 容 提 要

本书是根据高等医药院校各专业对有机化学实验的基本要求编写的,采用传统的有机化学实验分类方法,从医学院课程要求的实际出发,重在培养学生综合分析和组织安排实验的能力。

本书适用于高等医药院校有机化学实验课程的教学,也可用作相关人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/姜慧君,何广武主编. —2版. —
南京:东南大学出版社,2012.11
ISBN 978-7-5641-3901-8

I. ①有… II. ①姜…②何… III. ①有机化学-化
学实验-高等学校-教材 IV. ①062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 285387 号

有机化学实验(第2版)

出版发行 东南大学出版社
出 版 人 江建中
社 址 南京市四牌楼2号(邮编:210096)
网 址 <http://www.seupress.com>
电子邮箱 med@seupress.com
责编电话 025-83793681
经 销 全国各地新华书店
印 刷 常州市武进第三印刷有限公司
开 本 787 mm × 1092 mm 1/16
印 张 7.75
字 数 200千字
版 印 次 2012年11月第2版第2次印刷
书 号 ISBN 978-7-5641-3901-8
定 价 17.00元

* 本社图书若有印装质量问题,请直接与营销部联系,电话:(025)83791830。

前 言

根据高等医药学院各专业对有机化学实验的基本要求与内容,采用传统的有机化学实验的分类方法,即单元操作(基本操作)、性质反应(官能团实验)和有机合成及应用编写了本教材。在教材的编写过程中,积极倡导绿色化学的理念,同时增加了综合实验及全英文实验的相关内容,强调基本操作和基本技能的训练,着重培养学生分析问题和解决问题的能力,以满足不同专业高素质创新人才培养的需求。

全书共编排了 32 个实验,每学期不同专业可根据具体情况进行选择,其中 8 个全英文实验适用于国际教育学院的医学留学生。

限于编者水平,书中疏漏、错误之处在所难免,敬请广大师生批评指正。

编 者

2012 年 9 月

目 录

有机化学实验的一般知识	(1)
实验 1 重结晶及过滤操作	(16)
实验 2 萃取与升华的基本操作	(20)
实验 3 熔点的测定和温度计校正	(24)
实验 4 蒸馏和沸点的测定	(28)
实验 5 水蒸气蒸馏和减压蒸馏	(31)
实验 6 折射率的测定	(35)
实验 7 柱色谱	(39)
实验 8 薄层色谱	(42)
实验 9 纸色谱	(44)
实验 10 旋光度的测定	(46)
实验 11 未知物检查(附:醇、酚、醚、醛、酮的化学性质)	(48)
实验 12 羧酸、羧酸衍生物、取代羧酸的化学性质	(52)
实验 13 胺和酰胺的化学性质	(55)
实验 14 糖类化合物的性质及胆固醇的检验反应	(58)
实验 15 模型作业	(61)
实验 16 乙酰水杨酸的制备	(63)
实验 17 正丁醚的合成	(65)
实验 18 苯甲酸的制备	(67)
实验 19 正溴丁烷的合成	(68)
实验 20 无水乙醇的制备	(70)
实验 21 苯乙酮的合成	(72)
实验 22 二苯羟乙酮的合成(安息香缩合反应)	(74)
实验 23 扑炎痛的合成	(76)
实验 24 苯佐卡因的合成	(78)
Experiment 25 Determination of Melting Point	(81)
Experiment 26 Determination of Boiling Point	(85)
Experiment 27 Solvent Extraction and Solution Washing	(88)
Experiment 28 Thin Layer Chromatography	(93)
Experiment 29 Refractive Index of Liquids	(98)
Experiment 30 Polarimeter	(102)
Experiment 31 Recrystallization	(105)
Experiment 32 Molecular Models of Organic Compounds	(110)
附录一 常用有机溶剂和特殊试剂的纯化	(112)
附录二 常用干燥剂的性能及应用范围	(116)
参考文献	(117)

有机化学实验的一般知识

一、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,培养良好的实验习惯,并保证实验课的教学质量,学生必须遵守有机化学实验室的规则。

(1) 切实做好实验前的准备工作。在进入有机实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前,认真预习有关实验的内容及相关参考资料,写好实验预习报告,方可进行实验。没有达到预习要求者,不得进行实验。

(2) 每次实验,先将仪器搭好,经指导老师检查后,方可进行下一步操作。在操作前,想好每一步实验的目的、意义,实验中的关键步骤及操作难点,了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

(3) 实验中严格按操作规程操作,如有改变,必须经指导老师同意。实验中仔细观察实验现象,如实记录。实验完成后,按时写出符合要求的实验报告。

(4) 在实验过程中,不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。实验中应该穿实验服,不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室,实验室内禁止吸烟、饮食。

(5) 实验过程中保持实验室的环境卫生。公用仪器、药品、器材应在指定地点使用,或用后及时放回原处。试剂取完后,及时将盖子盖好,保持实验台清洁。仪器损坏应如实填写破损单。废液应倒在废液桶内(易燃液体除外),固体废物(沸石、棉花等)应倒在垃圾桶内,千万不要倒在水槽中,以免堵塞。

(6) 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,仪器洗干净、摆放好,拔掉电源插头,洗净双手。值日生做完值日,指导老师检查后方可离开实验室。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

二、有机化学实验室的安全知识

由于有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的,所用的仪器大部分又是玻璃制品,所以在有机化学实验室中工作,若粗心大意,就易发生事故,如割伤、烧伤,甚至火灾、中毒和爆炸等,我们必须认识到化学实验室是潜在的危险场所。然而,只要我们重视安全问题,思想上提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施,大多数事故是可以避免的。下面介绍实验室事故的预防和处理。

1. 防火

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是有机实验室常见的事故之一,应尽可能避免使用明火。防火的基本原则有下列几点注意事项:

(1) 不能用敞口容器加热和放置易燃、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 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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,不得倒入废液缸和废液桶中,应专门回收处理。

(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) 实验室一旦发生失火,室内全体人员应积极有序地参加灭火。一般采用如下措施:一方面防止火势扩张。熄灭火源,关闭总电闸,搬开易燃物质。

另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火,常采用隔绝空气的方法,通常不能用水。否则,反而会引起更大的火灾。在失火初期,不能用口吹,必须使用灭火器、砂、毛毡等。若火势小,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内)可盖上石棉板或瓷片等,使之隔绝空气而灭火,绝不能用口吹。

如果油类着火时,要用砂或灭火器灭火。也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末扑灭。

如果电器着火时,应切断电源,然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳灭火器蒸气有毒,在空气不流通的地方使用有危险)。因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器灭火,因为有水能导电,会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火时,切勿奔跑,而应立即在地上打滚,邻近人员可用毛毡或棉胎一类东西盖在其身上,使之隔绝空气而灭火。

总之,当失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况,采用不同的方法扑灭火焰。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭,把灭火器的喷出口对准火焰的底部。在抢险过程中切勿犹豫。

2. 防爆

(1) 在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有两种情况:

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。

(2) 在有机化学实验室里一般预防爆炸的措施如下:

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。

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加热或反应。

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收瓶或反应瓶。

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。

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:

(1) 剧毒药品应妥善保管,不许乱放,实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用毒物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,不准乱丢。

(2) 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。

(3) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜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。

(4) 如发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送往医院。

4. 防灼伤

皮肤接触了高温、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%的碳酸氢钠溶液冲洗,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) 被烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

(5) 化学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。

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,如图1-1中(a)和(c)所示的操作是正确的,(b)和(d)的操作是不正确的,尤其是插入温度计,要特别小心。

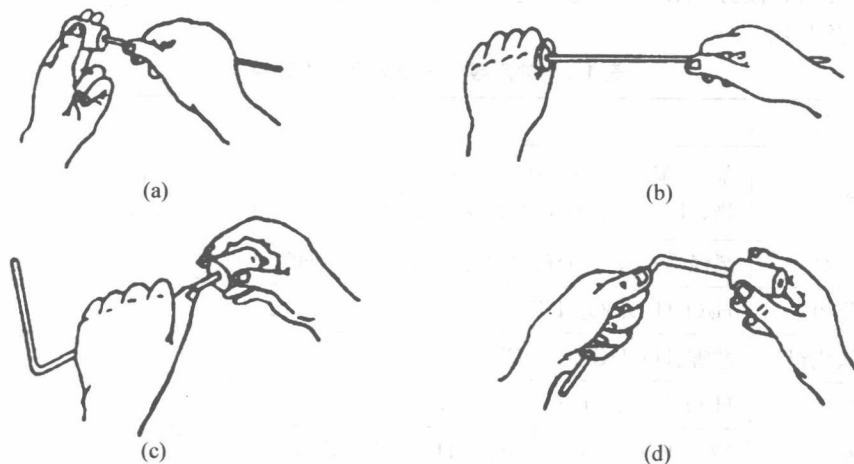


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

(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,使其成圆滑状。

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5~10 cm处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送医院。

实验室应备有急救药品,如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1%~2%乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、甲紫、凡士林等,还应备有

镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

6. 用电安全

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好后,再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。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。实验做完后,应先关掉电源,再去拔插头。

三、化学实验室“三废”处理

化学实验室的“三废”种类繁多,实验过程中产生的有毒气体和废水排放到空气或下水道,同样对环境造成污染,威胁人们的健康。如 SO_2 、 NO 、 Cl_2 等气体对人的呼吸道有强烈的刺激作用,对植物也有伤害作用;As、Pb 和 Hg 等化合物进入人体后,不易分解和排出,长期积累会引起胃痛、皮下出血、肾功能损伤等;氯仿、四氯化碳等能致肝癌;多环芳烃能致膀胱癌和皮肤癌;CdO 接触皮肤破损处会引起溃烂不止等,故须对实验过程中产生的有毒、有害物质进行必要的处理。

1. 常用的废气处理方法

(1) 溶液吸收法 溶液吸收法即用适当的液体吸收剂处理气体混合物,除去其中有害气体的方法。常用的液体吸收剂有水、碱性溶液、酸性溶液、氧化剂溶液和有机溶液,它们可用于净化含有 SO_2 、 NO_x 、HF、 SiF_4 、HCl、 Cl_2 、 NH_3 、汞蒸气、酸雾、烟和各种组分有机物蒸气的废气。

(2) 固体吸收法 固体吸收法是使废气与固体吸收剂接触,废气中的污染物(吸收质)吸附在固体表面从而被分离出来。此法主要用于净化废气中低浓度的污染质,常用的吸附剂及其用途见表 1-1。

表 1-1 常用吸附剂及处理的吸附质

固体吸附剂	处理物质
活性炭	苯、甲苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、甲醛、汽油、乙酸乙酯、苯乙烯、氯乙烯、恶臭物、 H_2S 、 Cl_2 、CO、 CO_2 、 SO_2 、 NO_x 、 CS_2 、 CCl_4 、 HCCl_3 、 H_2CCl_2
浸渍活性炭	烯烃、胺、酸雾、硫醇、 SO_2 、 Cl_2 、 H_2S 、HF、HCl、 NH_3 、Hg、HCHO、CO、 CO_2
活性氧化铝	H_2O 、 H_2S 、 SO_2 、HF
浸渍活性氧化铝	酸雾、Hg、HCHO、HCl
硅胶	H_2O 、 NO_x 、 SO_2 、 C_2H_2
分子筛	NO_x 、 H_2O 、 CO_2 、 CS_2 、 SO_2 、 H_2S 、 NH_3 、 CCl_4

2. 常用的废水处理方法

(1) 中和法 对于酸含量小于 3%~5% 的酸性废水或碱含量小于 1%~3% 的碱性废水,常采用中和法处理。无硫化物的酸性废水,可用浓度相当的碱性废水中和;含重金属离子较多的酸性废水,可通过加入碱性试剂(如 NaOH、 Na_2CO_3)进行中和。

(2) 萃取法 采用与水不互溶但能良好溶解污染物的萃取剂,使其与废水充分混合,提取污染物,达到净化水的目的。例如含酚废水就可采用二甲苯做萃取剂。

(3) 化学沉淀法 于废水中加入某种化学试剂,使之与其中的污染物发生化学反应,生成沉淀,然后进行分离。此法适用于除去废水中的重金属离子(如汞、镉、铜、铅、锌、镍、铬

等)、碱土金属离子(钙、镁)及某些非金属(砷、氟、硫、硼等)。如氢氧化物沉淀法可用 NaOH 作沉淀剂处理含重金属离子的废水;硫化物沉淀法是利用 Na_2S 、 H_2S 、 CaS_x 或 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 等作沉淀剂除汞、砷;铬酸盐法是用 BaCO_3 或 BaCl_2 作沉淀剂除去废水中的 CdO 等。

(4) 氧化还原法 水中溶解的有害无机物或有机物,可通过化学反应将其氧化或还原,转化成无害的新物质或易从水中分离除去的形态。常用的氧化剂主要是漂白粉,用于含氮废水、含硫废水、含酚废水及含氨氮废水的处理。常用的还原剂有 FeSO_4 或 Na_2SO_3 ,用于还原+6 价铬;还有活泼金属如铁屑、铜屑、锌屑等,用于除去废水中的汞。

此外,还有活性炭吸附法、离子交换法、电化学净化法等。

3. 常用的废渣处理方法

废渣主要采用掩埋法。有毒的废渣必须先进行化学处理后深埋在远离居民区的指定地点,以免毒物溶于地下水而混入饮水中;无毒废渣可直接掩埋,掩埋地点应有记录。

四、有机化学实验预习、记录和实验报告

有机化学实验课是一门综合性较强的理论联系实际的课程,它是培养学生独立工作能力的重要环节。完成一份正确、完整的实验报告,也是一个很好的训练过程。实验报告分三部分:实验前预习、现场记录及课后实验总结。

1. 实验预习

实验预习的内容包括:

- (1) 实验目的 写出本次实验要达到的主要目的。
- (2) 反应及操作原理 用反应式写出主反应及副反应,简单叙述操作原理。
- (3) 画出实验装置图。
- (4) 写出整个实验操作步骤的流程图。

预习时,应想清楚每一步操作的目的是什么,为什么要这么做,要弄清楚本次实验的关键步骤、注意点及难点,实验中有哪些安全问题等。预习是做好实验的关键,只有预习好了,实验时才能做到既快又好。

2. 实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料,实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此,学会做好实验记录也是培养学生科学作风及实事求是精神的一个重要环节。

作为科学工作者,必须对实验的全过程进行仔细观察,如反应液颜色的变化,有无沉淀及气体出现,固体的溶解情况,以及加热温度和加热后反应的变化等,都应该认真记录。同时还应记录加入原料的颜色和加入的量、产品的颜色和产品的量、产品的熔点或沸点等物化数据。记录时,要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要,条理清楚。记录直接写在报告上,不要随便记在一张纸上。

3. 实验报告

这部分工作在课后完成。内容包括:

- (1) 对实验现象逐一做出正确的解释,能用反应式表示的尽量用反应式表示。
- (2) 计算产率。在计算理论产量时,应注意:① 有多种原料参加反应时,以物质的量最小的原料的量为基准;② 不能用催化剂或引发剂的量来计算;③ 有异构体存在时,以各种异构体理论产量之和进行计算,实际产量也是异构体实际产量之和。计算公式如下:

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

(3) 填写物理常数测试表。分别填上产物的文献值和实测值,并注明测试条件,如温度、压力等。

(4) 对实验进行讨论与总结:① 对实验结果和产品进行分析;② 分析实验中出现的问题和解决的办法;③ 对实验提出建设性的意见和建议。通过讨论来总结、提高和巩固实验中所学到的理论知识和实验技术。

一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验理解的深度、综合解决问题的能力及文字的表达能力。

五、有机化学实验常用仪器和设备

了解实验所用仪器及设备的性能、正确使用方法和如何保养,是对每一个实验者最基本的要求。

1. 玻璃仪器

玻璃仪器一般由软质或硬质玻璃制作而成。软质玻璃耐温耐腐蚀性较差,但是价格便宜,因此,一般用它制作的仪器均不耐温,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可以在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝管。

玻璃仪器一般分为普通和标准磨口两种。在实验室常用的普通玻璃仪器有非磨口锥形瓶、烧杯、布氏漏斗、吸滤瓶、普通漏斗、分液漏斗等,见图 1-2 所示。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝管、接收管等,具体形状见图 1-3 所示。常用的微型化学制备仪器见图 1-4 所示。玻璃仪器用途见表 1-2 所示。



图 1-2 有机化学实验常用的普通玻璃仪器

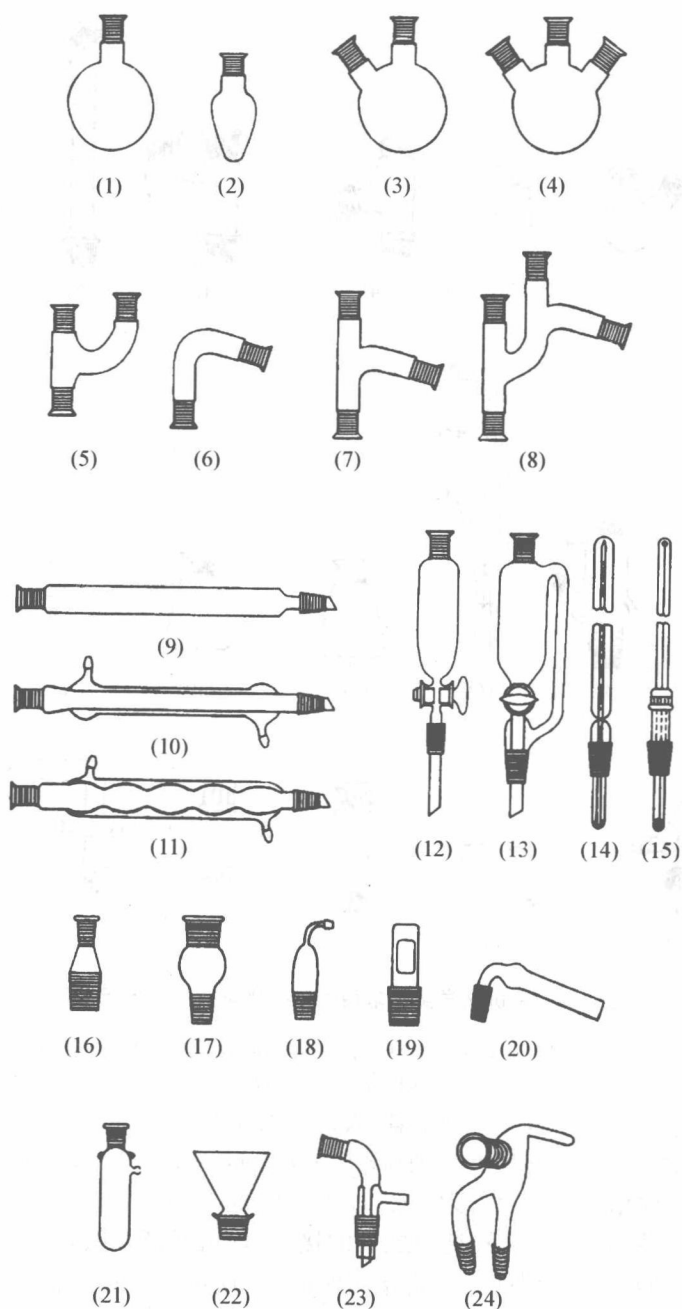


图 1-3 有机化学实验常用的标准磨口仪器

(1) 圆底烧瓶; (2) 梨形瓶; (3) 两口瓶; (4) 三口瓶; (5) Y 形管; (6) 弯头; (7) 蒸馏头; (8) 克氏蒸馏头; (9) 空气冷凝管; (10) 冷凝管; (11) 球形冷凝管; (12) 分液漏斗; (13) 恒压滴液漏斗; (14) 温度计; (15) 温度计; (16) 大小口接头; (17) 大小口接头; (18) 通气管; (19) 塞; (20) 干燥管; (21) 吸滤管; (22) 吸滤漏斗; (23) 单股接收管; (24) 双股接收管

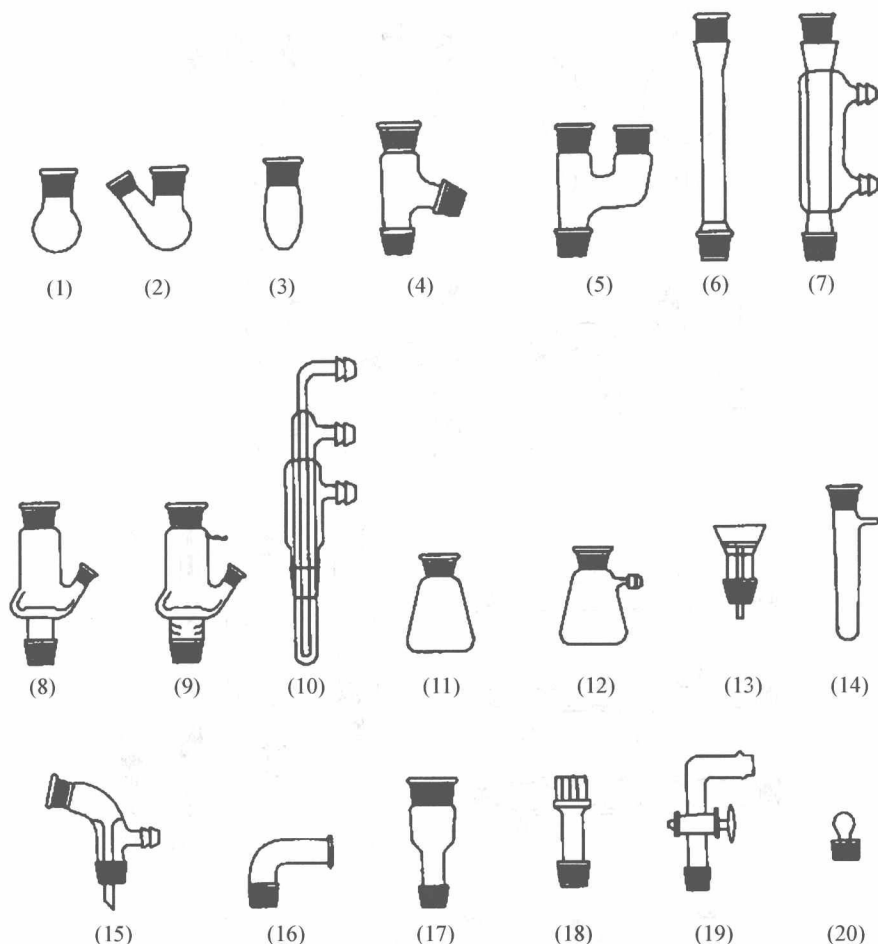


图 1-4 有机化学实验常用的微型化学制备仪器示意图

(1) 圆底烧瓶; (2) 二口烧瓶; (3) 离心试管(又称锥底反应瓶); (4) 蒸馏头; (5) 克莱森接头; (6) 空气冷凝管; (7) 直形冷凝管; (8) 微型蒸馏头; (9) 微型分馏头; (10) 真空直形冷凝器(真空冷阱); (11) 锥形瓶; (12) 抽滤瓶; (13) 玻璃漏斗及玻璃钉; (14) 具支试管; (15) 真空接收管; (16) 干燥管; (17) 大小接头; (18) 温度计套管(直通式); (19) 二通活塞、导气管; (20) 玻璃塞

标准磨口仪器根据磨口口径分为 10、14、19、24、29、34、40、50 等号。由于口塞尺寸的标准化、系列化, 磨砂密合, 凡属于同类型规格的接口, 均可任意互换, 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。使用标准磨口仪器既可免去配塞子的麻烦手续, 又能避免反应物或产物被塞子沾污的危险; 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。

当使用 14/30 这种编号时, 表明仪器的口径为 14 mm, 磨口长度为 30 mm。学生使用的常量仪器一般是 19 号的磨口仪器, 半微量实验中采用的是 14 号的磨口仪器, 微量实验中采用 10 号磨口仪器。

表 1-2 有机化学实验常用仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备注
圆底烧瓶	用于反应、回流加热及蒸馏	
三口圆底烧瓶	用于反应,三口分别安装电搅拌器、回流冷凝管及温度计等	
冷凝管	用于蒸馏和回流	
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	
单股接收管	用于常压蒸馏	
双股接收管	用于减压蒸馏	
分馏柱	用于分馏多组分混合物	
恒压滴液漏斗	用于反应体系内有压力使液体顺利滴加	
分液漏斗	用于溶液的萃取和分离	也可用于滴加液体
锥形瓶	用于储存液体、混合溶液及加热少量溶液	不能用于减压蒸馏
烧杯	用于加热溶液、浓缩溶液及用于溶液混合和转移	
量筒	量取液体	切勿用直接火加热
吸滤瓶	用于减压过滤	不能直接火加热
布氏漏斗	用于减压过滤	磁质
熔点管	用于测熔点	内装液状石蜡、硅油或浓硫酸
干燥管	装干燥剂,用于无水反应装置	

使用玻璃仪器时应注意以下几点:

- (1) 使用时应轻拿轻放。
- (2) 不能用明火直接加热玻璃仪器,加热时应垫石棉垫。
- (3) 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器,如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等。
- (4) 玻璃仪器使用完后,应及时清洗干净,标准磨口仪器若不拆洗放置时间太长,容易黏结在一起,很难拆开。如果发生此情况,可用热水煮黏结处或用热风吹磨口处,使其膨胀而脱落,还可以用木槌轻轻敲打黏结处。玻璃仪器最好自然晾干。
- (5) 带旋塞或具塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口接触处夹放纸片,以防黏结。
- (6) 标准磨口仪器磨口处要干净,不得黏有固体物质。清洗时,应避免用去污粉清洗磨口,否则,会使磨口连接不紧密,甚至会损坏磨口。
- (7) 安装仪器时,应做到横平竖直,磨口连接处不应受歪斜的应力,以免仪器破裂。
- (8) 一般使用时,磨口处无需涂润滑剂,以免粘有反应物或产物。但是反应中使用强碱时,则要涂真空脂,以免磨口连接处因碱腐蚀而黏结在一起,无法拆开。当减压蒸馏时,应在磨口连接处涂润滑剂,以保证装置密封性好。
- (9) 使用温度计时,应注意不要用冷水冲洗热的温度计,以免炸裂,尤其是水银球部位,应冷却至室温后再冲洗。不能用温度计搅拌液体或固体物质,以免损坏后,因有汞或其他有机液体而不好处理。

2. 金属工具

在有机化学实验中常用的金属器具有铁架台、烧瓶夹、冷凝管夹(又称万能夹)、镊子、锉

子、打孔器、不锈钢小勺等。这些仪器应放在实验室规定的地方,要保持这些仪器的清洁,经常在活动部位加上一些润滑剂,以保证活动灵活不生锈。

3. 常用反应装置

在有机化学实验中,搭好实验装置是做好实验的基本保证。反应装置一般根据实验要求组合。常用反应装置有回流反应装置、带有搅拌及回流的反应装置、带有气体吸收的装置、分水装置、水蒸气蒸馏装置等。图 1-5 为常见的常量反应装置图,图 1-6 为微量反应装置图。

4. 仪器的选择

有机化学实验的各种反应装置都是由一件件玻璃仪器组装而成的,实验中应根据要求选择合适的仪器。一般选择仪器的原则如下:

(1) 烧瓶的选择 根据液体的体积而定,一般液体的体积应占容器体积的 $1/3 \sim 1/2$,也就是说烧瓶容积的大小应是液体体积的 $2 \sim 3$ 倍。进行水蒸气蒸馏和减压蒸馏时,液体体积不应超过烧瓶容积的 $1/3$ 。

(2) 冷凝管的选择 一般情况下回流用球形冷凝管,蒸馏用直型冷凝管。但是当蒸馏温度超过 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时改用空气冷凝管,以防温差较大时,由于仪器受热不均匀而造成冷凝管破裂。

(3) 温度计的选择 实验室一般备有 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 两种温度计,根据所测温度可选用不同的温度计。一般选用的温度计要高于被测温度 $10 \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5. 仪器的装配与拆卸

安装仪器时,应选好主要仪器的位置,要先下后上,先左后右,逐个将仪器边组装边固定。拆卸的顺序与组装相反。拆卸前,应先停止加热,移走热源,待稍微冷却后,先取下产物,然后再逐个拆掉。拆冷凝管时注意不要将水洒到电炉或电热套上。

6. 电器设备

实验室有很多电器设备,使用时应注意安全,并保持这些设备的清洁,千万不要将药品洒到设备上。

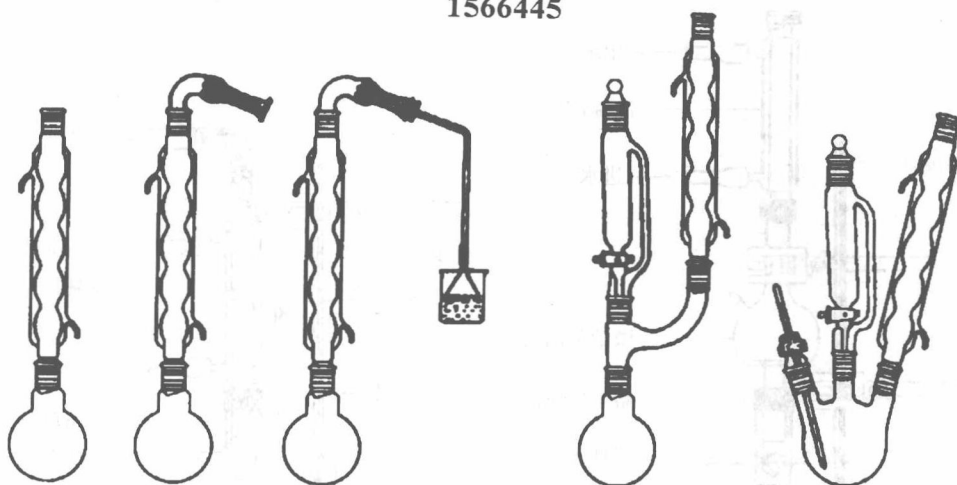
(1) 烘箱 实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱,主要用于干燥玻璃仪器或无腐蚀性、稳定性好的药品。使用时应先调好温度(烘玻璃仪器一般控制在 $100 \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$)。刚洗好的仪器应将水擦干后再放入烘箱中。烘仪器时,将烘热干燥的仪器放在上边,湿仪器放在下边,以防湿仪器上的水滴到热仪器上造成仪器炸裂。热仪器取出后,不要马上碰冷的物体如水、金属用具等。带旋塞或具塞的仪器,应取下塞子后再放入烘箱中烘干。

(2) 气流烘干机 气流烘干机是一种用于快速烘干仪器的设备,如图 1-7。使用时,将仪器洗干净后甩掉多余的水分,然后将仪器套在烘干器的多孔金属管上。注意随时调节热空气的温度。气流烘干机不宜长时间加热,以免烧坏电机和电热丝。

(3) 电热套 电热套是用玻璃纤维丝与电热丝编织成半圆形的内套,外加上金属外壳,中间填上保温材料,如图 1-8 所示。根据内套直径的大小分为 50 mL 、 100 mL 、 150 mL 、 200 mL 、 250 mL 等规格,最大可到 $3\ 000\text{ mL}$ 。此设备不用明火加热,使用较安全。由于它的结构是半圆形的,在加热时,烧瓶处于热气流中,因此,加热效率较高。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断开。用完后再放在干燥处,否则内部吸潮后会降低绝缘性能。

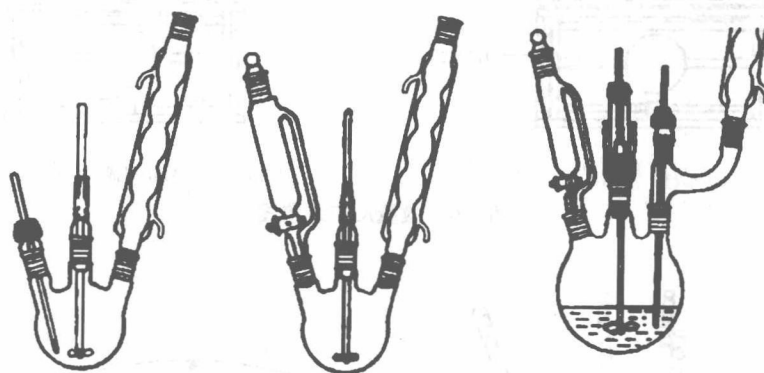


1566445

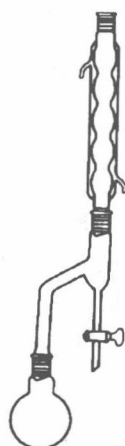


(a) 回流冷凝装置

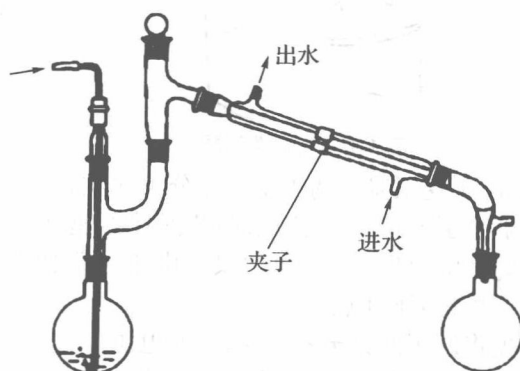
(b) 回流滴加装置



(c) 机械搅拌装置

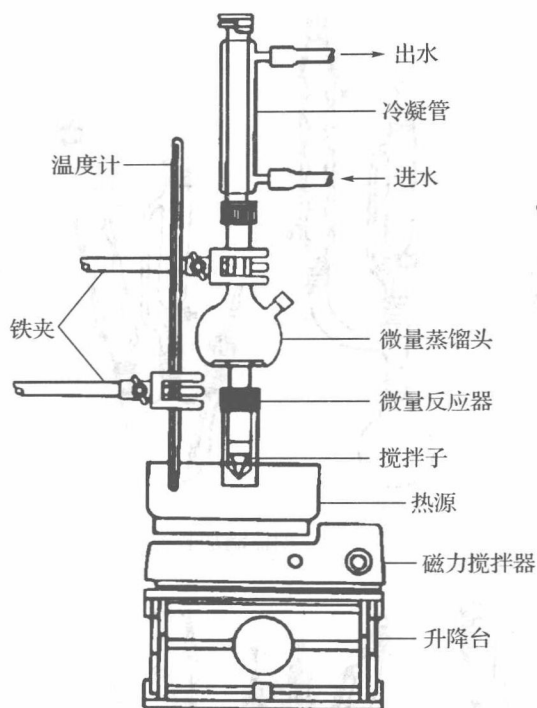


(d) 带分水器的回流装置

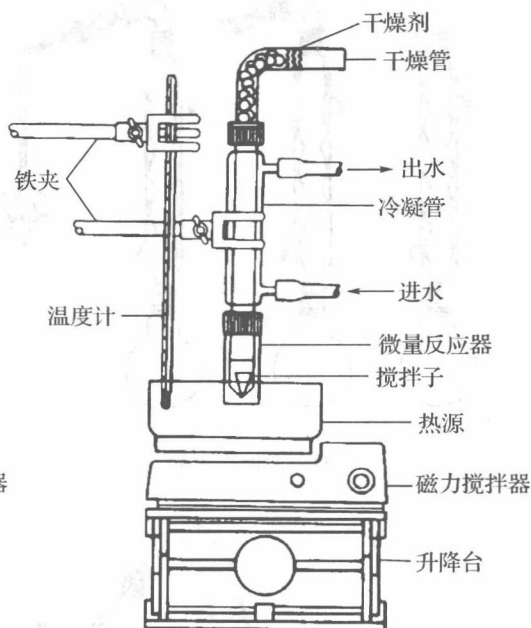


(e) 水蒸气蒸馏装置

图 1-5 常量反应装置图



(a) 微量蒸馏装置



(b) 带有干燥剂的微量回流反应装置

图 1-6 微量反应装置图

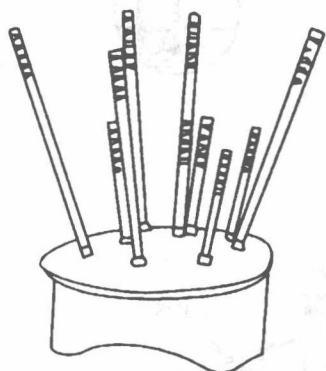


图 1-7 气流烘干机

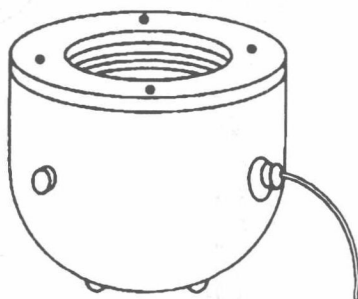


图 1-8 电热套

(4) 调压变压器 调压变压器分为两类，一类可与电热套相连用来调节电热套温度，另一类可与电动搅拌器相连用来调节搅拌器速度。也可将两种功能集中在一台仪器上，这样使用起来更为方便。但是两种仪器由于内部构造不同不能相互串用，否则会将仪器烧毁。使用时应注意以下几点：

- ① 先将调压器调至零点，再接通电源。
- ② 使用旧式调压器时，应注意安全，要接好地线，以防外壳带电。注意输出与输入端不要接错。
- ③ 使用时，先接通电源，再调节旋钮到所需的位置(根据加热速度或搅拌速度来调节)。调节变换时，应缓慢进行。无论使用哪种调压变压器都不能超负荷运行，最大使用为满