



普通高等教育“十三五”规划教材
全国高等医药院校规划教材

供中药学和药学类专业使用

有机化学实验

第4版

吉卯社 黄家卫 胡冬华 主编



科学出版社

普通高等教育“十三五”规划教材
全国高等医药院校规划教材

供中药学和药学类专业使用

有机化学实验

第4版

吉卯社 黄家卫 胡冬华 主编
江佩芬 主审

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)。

内 容 简 介

本套教材是普通高等教育“十三五”规划教材之一,为第4版,包括《有机化学》、《有机化学习题及参考答案》、《有机化学实验》,是根据教育部对药学、中药学等专业的有机化学课程教学的要求,由北京中医药大学、南京中医药大学、成都中医药大学、黑龙江中医药大学、湖北中医药大学等全国近30所高校有机化学教研室主任、专家、教授经过多年使用第3版及总结过去经验的基础上联合编写而成的,供药学、中药学、制药等各专业使用的系列教材之三。本书为理论教材的配套教材,配合理论的各章内容分别介绍了有机化学实验的一般知识、基本操作、合成实验、天然有机化合物的提取分离实验及性质实验。此外,书后还列有附录,包括一些物理常数、试剂的规格及配制等以供自学参考。

本书可供全国高等医药院校及全国高等中医药院校药学、中药学、制药等各专业本科生使用,也可作为成人继续教育药学、中药学、制药等各专业学生、自学考试应试人员、广大中医药专业工作者及爱好者的学习参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 吉卯社, 黄家卫, 胡冬华主编. —4版. —北京: 科学出版社, 2016. 11

普通高等教育“十三五”规划教材 全国高等医药院校规划教材

ISBN 978-7-03-050790-7

I. ①有… II. ①吉…②黄…③胡… 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(2016)第 285343 号

责任编辑:王 鑫 郭海燕 / 责任校对:赵桂芬

责任印制:赵 博 / 封面设计:陈 敬

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

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

*

2002年2月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2016年12月第 四 版 印张:9

2016年12月第十九次印刷 字数:292 000

定价:29.80 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《有机化学实验》(第4版)编委会

主 编 吉卯社 黄家卫 胡冬华
副主编 彭 松 张国升 葛正华 尹 飞 武雪芬
薛慧清 邹海舰 赵华文 沙 玫 房 方
郭晏华 陈胡兰 彭彩云 杨武德 万屏南
权 彦 蔡梅超 张园园 谈春霞 张立剑
牛丽颖

主 审 江佩芬
编 委 (按姓氏笔画排序)

万屏南	江西中医药大学	马 艳	山东中医药大学
王迎春	河北中医学院	王 涛	广州中医药大学
王新灵	河南中医药大学	牛丽颖	河北中医学院
方 方	安徽中医药大学	尹 飞	天津中医药大学
邓仕任	辽宁中医药大学	吉卯社	北京中医药大学
权 彦	陕西中医药大学	刘晓芳	山西中医学院
安 轶	上海中医药大学	孙艳涛	辽宁中医药大学
苏 进	北京中医药大学	杨武德	贵阳中医学院
李红梅	齐齐哈尔医学院	李贺敏	南京中医药大学
肖田梅	内蒙古民族大学	余宇燕	福建中医药大学
邹海舰	云南中医学院	沙 玫	福建中医药大学
沈 琤	湖北中医药大学	张立剑	黑龙江中医药大学
张园园	北京中医药大学	张国升	安徽中医药大学
陈胡兰	成都中医药大学	陈海红	成都中医药大学
武学芬	河南中医药大学	虎春艳	云南中医学院
和东亮	长春中医药大学	房 方	南京中医药大学
赵华文	第三军医大学	赵 骏	天津中医药大学
胡冬华	长春中医药大学	姜洪丽	泰山医学院
贺锋嘎	内蒙古民族大学	贾玉良	黑龙江中医药大学
徐秀玲	浙江中医药大学	郭占京	广西中医药大学
郭晏华	辽宁中医药大学	谈春霞	甘肃中医药大学
陶阿丽	安徽新华学院	黄 珍	成都中医药大学
黄家卫	浙江中医药大学	盛文兵	湖南中医药大学
康 威	北京中医药大学	彭 松	湖北中医药大学
葛正华	黑龙江中医药大学	傅榕赓	湖南中医药大学
蔡梅超	山东中医药大学	薛慧清	山西中医药大学

编写说明

本套教材是普通高等教育“十三五”规划教材之一,为第4版,包括《有机化学》、《有机化学习题及参考答案》、《有机化学实验》,是根据教育部对药学、中药等专业的有机化学课程教学的要求,由北京中医药大学、南京中医药大学、成都中医药大学、黑龙江中医药大学、湖北中医药大学等全国近30所高校有机化学教研室主任、专家、教授经过多年使用第3版、总结经验的基础上联合编写而成,供药学、中药学、制药等各专业使用的系列教材之三。

本书为理论教材的配套教材,共包括6个方面的内容:第一部分为有机化学实验的一般知识,包括实验室规则、实验室安全事项、有机实验室常用仪器设备及装置的介绍等;第二部分为有机化学实验的基本操作,介绍常用的有机化学实验单元操作的技术要点等;第三部分为有机化合物的合成实验,安排了37个内容,分为基本有机合成实验、高等有机合成实验及高分子基础实验等,部分实验还附有微型实验方案,供各院校选择使用;第四部分为天然有机化合物的提取、分离及纯化实验,这部分内容是考虑到药学、中药学等专业特点而安排的,共有8个从植物中提取、分离天然有机化合物的实验方案;第五部分为有机化合物的性质实验,列有分子模型实验和有机化合物官能团性质实验等内容;教材最后为附录,内容包括常用酸碱浓度、主要化合物的物理常数、试剂的规格和配制、常用有机化合物的纯化等。

由于编写时间比较仓促,加之业务水平有限,书中定有不妥之处,敬请各校老师和同学们在使用过程中予以批评指正,以不断提高本书的质量。

编 者

2016年8月于北京

目 录

编写说明

第一部分 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验的目的	(1)	1.5 仪器的清洗、干燥和保养方法	(9)
1.2 有机化学实验室规则	(1)	1.6 实验预习、记录和实验报告	(10)
1.3 实验室的安全事项	(1)	1.7 有机化学文献资料	(13)
1.4 有机实验室常用仪器设备及装置 ..	(4)		

第二部分 有机化学实验的基本操作

2.1 玻璃工操作及塞子的配制	(15)	2.9 蒸馏和沸点测定	(36)
2.2 熔点测定及温度计校正	(19)	2.10 分馏	(39)
2.3 加热和冷却	(23)	2.11 减压蒸馏	(41)
2.4 搅拌和振荡	(25)	2.12 水蒸气蒸馏	(45)
2.5 重结晶及过滤	(25)	2.13 升华	(48)
2.6 干燥与干燥剂的使用	(30)	2.14 折光率的测定	(50)
2.7 萃取和分液漏斗的使用	(32)	2.15 旋光度的测定	(53)
2.8 回流	(36)	2.16 色谱法简介	(54)

第三部分 有机化合物的合成实验

3.1 基本操作实验	(60)	实验十八 肉桂酸	(78)
实验一 简单的玻璃工制作	(60)	实验十九 苦杏仁酸的制备	(79)
实验二 熔点测定及温度计校正	(60)	实验二十 水杨酸甲酯	(80)
3.2 基本有机合成实验	(61)	实验二十一 乙酸乙酯	(80)
实验三 环己烯	(61)	实验二十二 乙酰乙酸乙酯	(82)
实验四 正溴丁烷	(62)	实验二十三 邻苯二甲酸二丁酯	(83)
实验五 溴乙烷	(63)	实验二十四 苯胺	(84)
实验六 溴苯	(65)	实验二十五 乙酰苯胺	(84)
实验七 无水乙醇	(66)	实验二十六 甲基橙	(86)
实验八 2-甲基-2-丁醇	(67)	实验二十七 对氨基苯磺酰胺	(87)
实验九 2-硝基间苯二酚	(68)	实验二十八 安息香缩合反应	(88)
实验十 乙醚	(70)	3.3 高等有机合成实验	(89)
实验十一 环己酮	(71)	实验二十九 β -萘乙醚	(89)
实验十二 苯乙酮	(72)	实验三十 对二溴苯	(90)
实验十三 苯亚甲基苯乙酮	(73)	实验三十一 2,4-二羟基苯乙酮的合成	(91)
实验十四 苯甲酸和苯甲醇	(74)	实验三十二 <i>N,N</i> -二乙基间甲苯甲酰胺的合成	(92)
实验十五 呋喃甲醇和呋喃甲酸	(74)	3.4 高分子基础实验	(93)
实验十六 乙酰水杨酸	(76)		
实验十七 己二酸	(77)		

实验三十三 有机玻璃	(93)	实验三十六 苯乙烯丙烯酸酯共聚乳液	(98)
实验三十四 乙酸乙烯酯溶液聚合及其醇解	(95)	实验三十七 脲醛树脂与泡沫塑料	(99)
实验三十五 苯乙烯悬浮聚合	(96)		

第四部分 天然有机化合物的提取、分离及纯化实验

实验一 从茶叶中提取咖啡因	(102)	实验六 从牡丹皮中提取丹皮酚	(108)
实验二 从红辣椒中分离红色素	(104)	实验七 卵磷脂的提取	(109)
实验三 从肉桂中分离肉桂醛	(105)	实验八 从大蒜中提取大蒜素	(111)
实验四 从黑胡椒中分离胡椒碱	(106)	实验九 烟碱的提取及性质	(111)
实验五 从黄连中提取小檗碱	(108)		

第五部分 有机化合物的性质实验

5.1 有机化合物官能团性质实验	(113)	实验七 氨基酸、蛋白质的性质	(120)
实验一 烃的性质	(113)	实验八 糖的性质	(121)
实验二 卤代烃的性质	(114)	实验九 胺和酰胺的性质	(122)
实验三 醇、酚、醚的性质	(115)	5.2 分子模型实验	(124)
实验四 醛、酮的性质	(117)	实验十 顺反异构模型实验	(124)
实验五 羧酸及其衍生物的性质	(118)	实验十一 对映异构模型实验	(124)
实验六 水杨酸及乙酰乙酸乙酯的性质	(120)	实验十二 构象异构模型实验	(125)

附 录

附录一 常用化学元素相对原子质量	(126)	附录五 化学试剂常用规格	(129)
附录二 常用酸碱溶液的密度和浓度表	(126)	附录六 常用有机试剂的配制	(129)
附录三 水的蒸气压力表	(129)	附录七 常用有机试剂的性质和纯化	(131)
附录四 常用有机溶剂沸点、密度表	(129)	附录八 危险化学品的使用知识	(132)
		附录九 部分有机化合物英、中文名称对照表及缩写代号	(134)

第一部分 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验的目的

有机化学实验是化学学科的一个组成部分。尽管现代科学技术突飞猛进,使有机化学从经验科学走向理论科学,但它仍是以实验为基础的科学,特别是新的实验手段的普遍应用,使有机化学面貌焕然一新。在中药专业的教学计划中,有机化学实验所占比重是比较大的。

有机化学实验教学的目的是任务:

- (1) 通过实验,使学生在有机化学实验的基本操作方面获得较全面的训练。
- (2) 配合课堂讲授,验证和巩固课堂讲授的基本理论和知识。
- (3) 培养学生正确选择有机化合物的合成和鉴定方法的能力以及分析和解决实验中所遇到问题的能力。
- (4) 培养学生理论联系实际的作风,实事求是、严格认真的科学态度和良好的工作习惯。

1.2 有机化学实验室规则

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验习惯,学生必须遵守下列实验室规则:

(1) 实验前应做好一切准备工作,如复习教材中有关的章节,预习实验指导书等,做到心中有数;防止实验时边看边做,降低实验效果。还要充分考虑防止事故的发生及事故发生所采用的安全措施。

(2) 进入实验室时,应熟悉实验室及其周围的环境,熟悉灭火器材;急救药品的使用方法和放置的地方。严格遵守实验室的安全规则和每个具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生,应报请老师处理。

(3) 实验时应保持安静和遵守纪律,不准用散页纸做记录,以免散失。实验过程中精力要集中,操作要认真,观察要细致,思考要积极。

(4) 遵从教师的指导,严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。学生若有新的见解或建议,要改变实验步骤和试剂规格及用量时,须征得教师同意方可进行。

(5) 实验台面和地面要经常保持整洁,暂时不用的器材,不要放在台面上,以免碰倒损坏。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃屑等,应分别放入指定的地方,不要乱抛乱丢,更不能丢入水槽,以免堵塞下水道;废酸和废碱应倒入废液缸中,不能倒入水槽。

(6) 要爱护公物。公共器材用完后,须整理好并放回原处。如损坏仪器,要办理登记更换手续。要节约水、电、煤气及消耗性药品,严格控制药品的用量。

(7) 学生轮流值日。值日生应负责整理公用器材,打扫实验室,倒换废液缸,检查水、电、煤气,关好门窗。

1.3 实验室的安全事项

进行有机化学实验,经常要使用易燃有机溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮和苯等;易燃易爆的气体和药品,如氢气、乙炔和干燥的苦味酸(2,4,6-三硝基苯酚)等;有毒药品,如氰化钠、硝基苯和某些有机磷

化合物等;有腐蚀性的药品如氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、氢氧化钠及溴等。这些药品使用不当,就有可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外,碎的玻璃器皿、煤气、电器设备等使用处理不当,也会产生事故,但是这些事故都是可以预防的。只要实验者集中注意力,不掉以轻心,严格执行操作规程,加强安全措施,就一定能有效地维护实验室的安全,正常地进行实验。

1.3.1 实验室的一般注意事项

- (1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。
- (2) 实验进行时,应经常注意仪器有无漏气、碎裂,反应是否正常等。
- (3) 在进行可能发生危险的实验操作时,应使用防护眼镜、面罩、手套等防护设备。
- (4) 实验中所用药品,不得随意抛洒、遗弃。对产生有毒气体的实验应按规定处理,以免污染环境,影响身体健康。
- (5) 实验结束后要细心洗手,严禁在实验室吸烟或饮食。
- (6) 将玻璃管(棒)或温度计插入塞中时,应先检查塞孔是否合适,玻璃是否平光,并用布裹住或涂些甘油等润滑剂后旋转而入。握玻璃管(棒)的手应靠近塞子,防止因玻璃管折断而割伤皮肤。
- (7) 应充分熟悉安全用具,如灭火器、砂桶以及急救箱的放置地点和使用方法,并妥善保管,不准移作他用。

1.3.2 火灾、爆炸、中毒、触电事故的预防

- (1) 实验中使用的有机溶剂大多易燃,应注意盛易燃有机溶剂的容器不得靠近火源,数量较多的易燃有机溶剂,应放在危险药品柜内。
- (2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂),室温时即具有较大的蒸气压。空气中混杂有易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时(表 1-1),遇有明火即发生燃烧爆炸;而且,有机溶剂蒸气都比空气的密度大,会沿着桌面或地面飘移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废液缸中,更不能用开口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)时,整套装置切勿漏气,接收器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。

表 1-1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名称	沸点(℃)	闪燃点(℃)	爆炸范围(体积%)
甲醇	64.96	11	6.72 ~ 36.50
乙醇	78.5	12	3.28 ~ 18.95
乙醚	34.51	-45	1.85 ~ 36.5
丙酮	56.2	-17.5	2.55 ~ 12.80
苯	80.1	-11	1.41 ~ 7.10

- (3) 使用易燃、易爆气体,如氢气、乙炔等时,要保持室内空气流通,严禁明火,并应防止一切火星的发生,如由于敲击、电器的开关等所产生的火花(表 1-2)。

表 1-2 易燃气体爆炸极限

气体	空气中的含量(体积%)
氢气	4 ~ 74
一氧化碳	12.5 ~ 74.2
氨气	15 ~ 27
甲烷	4.5 ~ 13.1
乙炔	2.5 ~ 80

(4) 常压蒸馏操作时,蒸馏装置不能完全密闭。减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶做接收器,不可用锥形瓶,否则可能发生炸裂。回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放,否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。不要火焰直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴或水浴。冷凝水要保持畅通,若冷凝管忘记通水,大量蒸气来不及冷凝而逸出,也易造成火灾。

(5) 有些有机化合物,遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心;存放药品时,应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化物和有机药品分开。

(6) 开启存有挥发性药品的瓶塞和安瓿时,必须先充分冷却然后开启(开启安瓿时需要用布包裹);开启时瓶口须指向无人处,以免由于液体喷溅而导致伤害。如遇瓶塞不易开启时,必须注意瓶内储物的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

(7) 有些实验可能生成有危险性的化合物,操作时需特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性,如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等。使用时需严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃,久置后会生成易爆炸的过氧化物,须特殊处理后才能应用。

(8) 有毒药品应认真操作,妥为保管,不许乱放。实验室所用的剧毒物应由专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的有关操作规程。实验后的有毒残渣必须做妥善而有效的处理,不准乱丢。在接触固体或液体有毒物时,必须戴橡皮手套,操作后立即洗手。

(9) 在反应过程中,可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验,应在通风橱中进行。使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,当实验开始后,不要把头伸入橱内。

(10) 使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿的手或手握湿物接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等,都应连接地线。实验后应先切断电源,再将连接电源的插头拔下。

1.3.3 事故的处理和急救

如遇事故,应立即采取适当措施,并报告教师。

(1) 火灾:如一旦发生了火灾,不必惊慌失措,可立即采取多种相应措施,以减少事故损失。首先,应立即熄灭附近所有火源(关闭煤气),切断电源,并移开附近的易燃物。少量溶剂(几毫升)着火,可任其烧完。锥形瓶内溶剂着火,可用石棉网或湿布盖熄。小火可用湿布或黄沙盖熄。火较大时应根据具体情况,采用下列灭火器材:

四氯化碳灭火器:用以扑灭电器内或电器附近之火,但不能在狭小和通风不良的实验室中应用,因为四氯化碳在高温时要生成剧毒的光气;此外,四氯化碳和金属钠接触也要发生爆炸。使用灭火器时只需连续抽动唧筒,四氯化碳就会由喷嘴喷出。

二氧化碳灭火器:其钢筒装有压缩的液态二氧化碳,适用于扑灭电器设备、小范围油类物质的失火。使用时打开开关,二氧化碳气体即会喷出。使用时应注意,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低,温度也骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。

泡沫灭火器:内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,适用于油类起火。使用时将筒身颠倒,两种溶液即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳;灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器,因后处理比较麻烦。

干粉灭火器:主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂。适用于油类、可燃性气体、电器设备等的初起火灾。

无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。油浴和有机溶剂着火时,绝对不能用水浇,因为这样反而会使火焰蔓延开来。若衣服着火,切勿奔跑,可用厚的外衣包裹使火熄灭;较严重

者应躺在地上(以免火焰烧向头部),用防火毯紧紧包裹,直至火熄,或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。烧伤严重者应急送医疗单位。

(2) 割伤:应取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水洗后涂上紫药水或碘酒,用绷带扎住;玻璃碎屑溅入眼内切勿用手揉动;大伤口则应先按紧主血管,以防止大量出血。

(3) 烫伤:轻伤皮肤未破涂以烫伤膏,若皮肤已破可涂些甲紫溶液。

(4) 试剂灼伤:

1) 酸:立即用大量水洗,再用3%~5%碳酸氢钠溶液洗,最后用水洗。若溅入眼内,应先用大量水冲洗。

2) 碱:立即用大量水洗,再用2%乙酸溶液洗,最后用水洗。

3) 溴:立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液存在时为止,然后涂上甘油或烫伤油膏。

4) 钠:可见的小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

(5) 中毒:

1) 腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒,都再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

2) 刺激剂及神经性毒物:先给牛奶或鸡蛋白,使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(约30g)溶于一杯水中催吐,有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医疗单位。

3) 吸入气体中毒:吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合物使之解毒。吸入硫化氢、一氧化碳气体而感不适,应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意氯、溴中毒不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。

(6) 伤势较重者,应立即送医院治疗。为了对实验室意外事故进行紧急处理,实验室应配备有急救箱,常备药品清单:纱布、消毒棉、创可贴、橡皮膏、医用镊子、剪刀、烫伤膏、消炎粉、乙酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%及饱和)、酒精、紫药水、碘酒等。

1.4 有机实验室常用仪器设备及装置

1.4.1 有机实验普通常用仪器

使用玻璃仪器都应轻拿轻放,除试管等少数外都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压,不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热,故不能加热。广口容器(如烧杯)不能储存有机溶剂。带活塞的玻璃器皿,用过洗涤后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘住。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂后,用电风吹热风,或用水煮后再轻敲塞子,使之松开。此外,不能用温度计做搅拌棒用,也不能用其测量超过刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以免炸裂。常用实验仪器见图1-1。

1.4.2 标准磨口玻璃仪器

在有机实验中还常用带有标准磨口的玻璃仪器,通过磨口组装仪器,既避免了发生溶剂溶解橡皮管或软木塞而漏气的情况,又使仪器安装简便、规范、气密性好。常用的一些标准磨口玻璃仪器见图1-2。



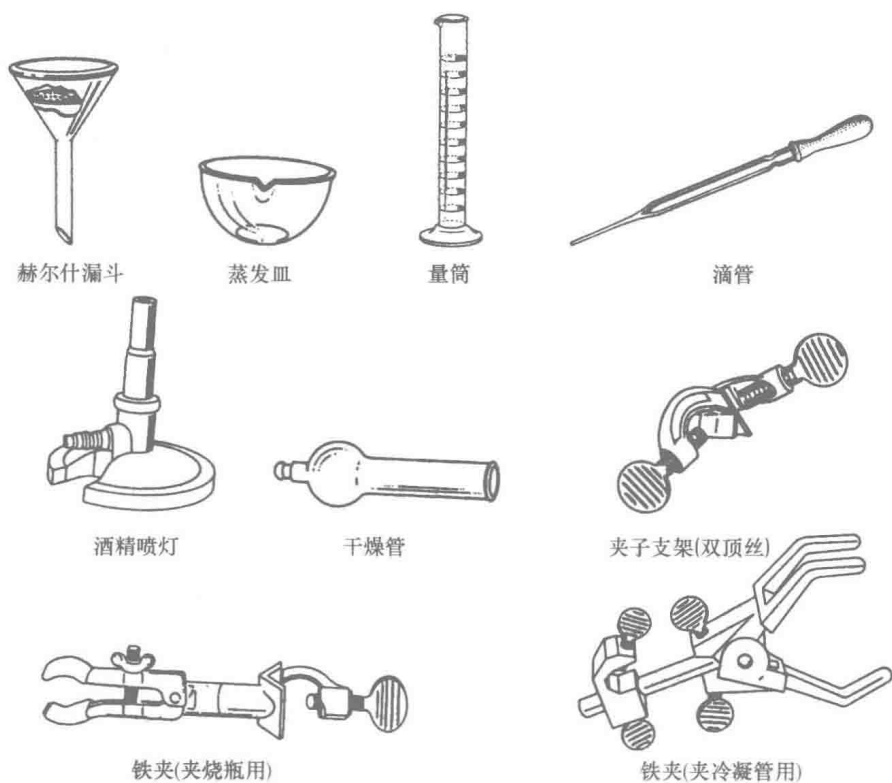


图 1-1 常用实验仪器

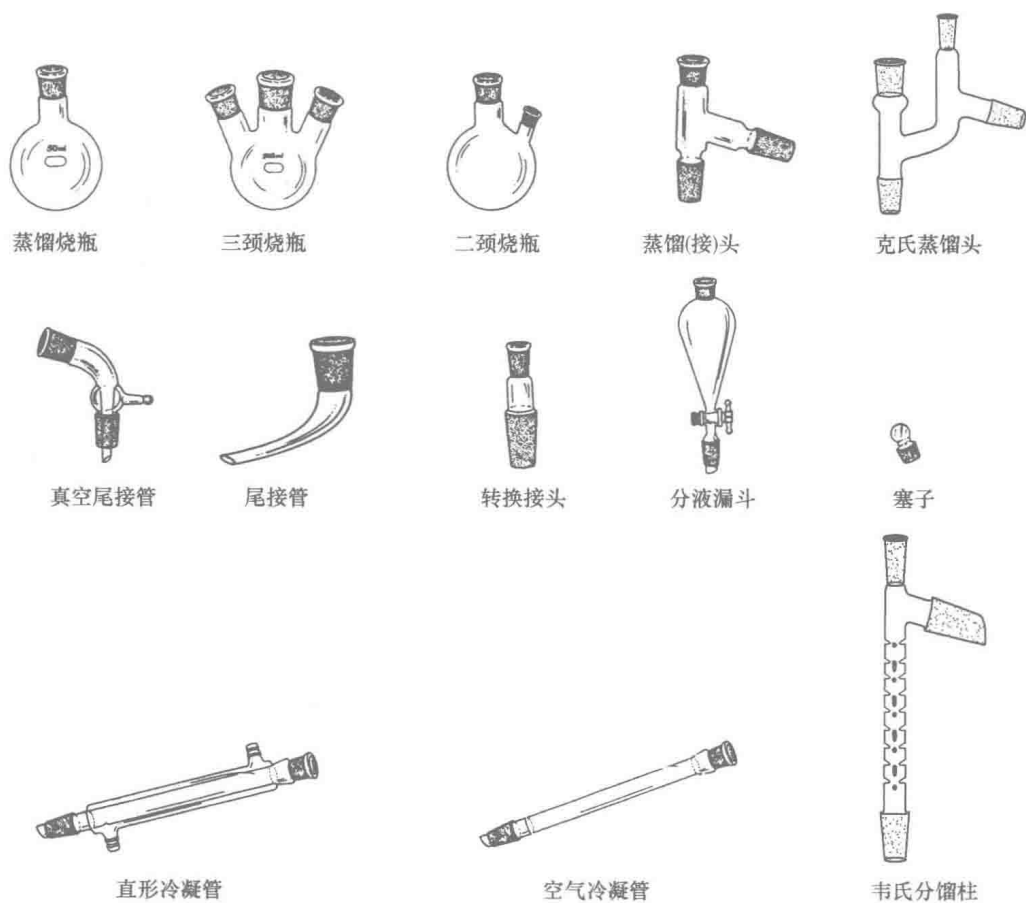


图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器一般可分多种组件套。常用的标准磨口最大端直径(mm)有 10、14、19、24、29、34、40、50 等多种。半微量仪器一般为 10 号和 14 号磨口,常量仪器磨口则在 19 号以上。磨口编号相同者可紧密相连,不同者可通过转换接头相连接,如 19/24 接头可将 24 号磨口和 19 号磨口连接起来。

使用标准磨口玻璃仪器时须注意:①磨口处必须洁净,若粘有固体杂物,则使磨口对接不致密,导致漏气。若杂物甚硬更会损坏磨口。②用后应拆卸洗净,否则若长期放置,磨口的连接处就会粘牢,难以拆开。③一般使用磨口无需涂润滑剂,以免污染反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处遭碱腐蚀粘牢而无法拆开。④安装标准磨口玻璃仪器装置时应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则常易折断,尤其在加热时应力更大。

1.4.3 微型实验仪器

根据微型化学实验的特点,微型实验使用的仪器较常规实验仪器要小,大部分微型玻璃仪器和常量玻璃仪器形状相似,但也使用一些特殊的仪器,如 H 形分馏头、水分离器等。部分微型实验专用仪器见图 1-3。



图 1-3 部分微型实验仪器

1.4.4 常用仪器装置

为了便于查阅和比较,我们在这里集中介绍回流、蒸馏、气体吸收,以及搅拌的仪器装置。

(1) 回流装置:有机化学实验常用的回流装置如图 1-4 所示。回流加热前应先加入沸石,根据瓶内液体沸腾的程度,可选用水浴、油浴、石棉网直接加热等方式。回流的速度应控制在液体蒸气浸润不超过两个球为宜。如果回流过程要求无水操作,则应加上防潮装置,即在球形冷凝管上端安装一干燥管,见图 1-4(2)。如果实验要求边回流边滴加反应物,可以在冷凝管和烧瓶间安装克萊森接头,并配以滴液漏斗。如果回流过程中会产生有毒或刺激性气味的气体,则应添加气体吸收装置,见图 1-4(3)。



图 1-4 回流反应装置

(2) 蒸馏装置:蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体,或除去有机溶剂的常用方法。图 1-5 是最常用的蒸馏装置。如果蒸馏过程需要防潮,在接收部分与大气相通位置安装一干燥管即可。如果蒸馏沸点在 140℃ 以上,则应改用空气冷凝管进行蒸馏,若使用直形冷凝管,通水后,可能会由

于液体蒸气温度较高而使冷凝管炸裂。如果是为了蒸除较大溶剂,那么可将温度计换成滴液漏斗。由于液体可自滴液漏斗中不断地加入,同时可调节滴入和滴出的速度,因此可避免使用较大的蒸馏瓶。

(3) 气体吸收装置:图 1-6 为气体吸收装置,用于吸收反应过程中生成的有刺激性和有毒的气体(例如氯化氢、二氧化硫等)。其中图 1-6(1)和(2)可作少量气体的吸收装置。图 1-6(1)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,亦可防止水被倒吸至反应瓶中。若反应过程中,有大量气体生成或气体逸出很快时,可使用图 1-6(3)的装置。水自上端流入(可利用冷凝管流出的水)抽滤瓶,在恒定的水面上溢出,粗的玻璃管恰好伸入水面,被水封住,以防气体进入大气中。图中的粗玻璃管也可用 Y 形管代替。

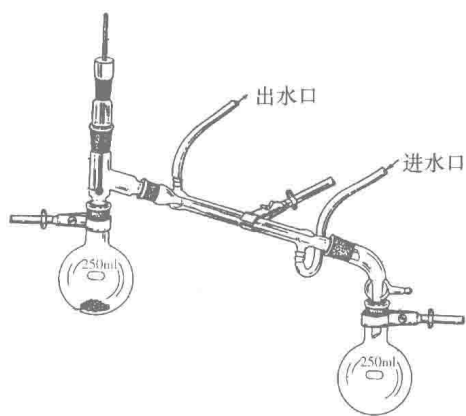


图 1-5 蒸馏装置

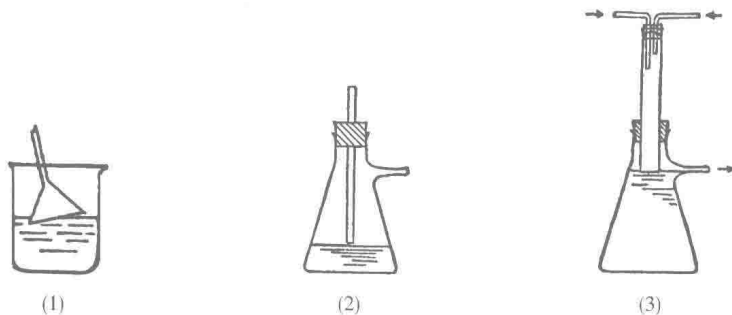


图 1-6 气体吸收装置

(4) 搅拌装置:搅拌是有机制备实验中常见的基本操作之一。反应在均相溶液中进行时,一般可以不需搅拌,因加热时溶液存在一定程度的对流,从而保持液体各部分均匀地受热。如果是在非均相反应或某些反应物需逐滴加入时,为了尽可能使其迅速均匀地混合,以避免因局部过热而导致其他副反应发生或有机物的分解,则需要搅拌。另外当反应物是固体,有时不搅拌可能会影响反应顺利地进行,也需要进行搅拌操作。

如果反应时间较短,反应物较少或加热温度不太高,反应物无较大气味,用人工搅拌或振摇容器,即可达到充分混合的目的。反之,则需用机械搅拌或磁力搅拌装置。

实验室中的机械搅拌装置通常包括电动搅拌器、搅拌棒、密封装置以及回流或蒸馏装置部分。电动搅拌器主要部件是具有活动夹头的小电动机和调速器,它们一般是固定在铁架台上,电动机带动搅拌棒起搅拌作用,变速器起调节搅拌快慢作用。

常见的搅拌装置部分见图 1-7。图 1-7 中(1)是可进行搅拌、回流和自滴液漏斗中加入液体的实验装置。图 1-7(2)装置还可同时测量反应时的温度。

搅拌棒通常由玻璃棒制成,式样很多,常用的见图 1-8,其中(1)、(2)两种可以容易地用玻棒弯制,(3)较难制,(4)中半圆形搅拌叶可用聚四氟乙烯塑料制成。(3)和(4)优点是可以伸入狭颈的瓶中,且搅拌效果较好。(5)为筒形搅拌棒,适用于两相不混溶的体系,其优点是搅拌平稳,搅拌效果好。

密封装置主要是不让烧瓶中的反应物外逸而采取的密封措施。在图 1-9 中(1)是液体密封装置。常用的液体是液状石蜡、甘油或汞;但汞蒸气由于有毒,所以少用。图 1-9 中(2)是简易密封装置。其制作方法是:在三颈瓶的中口配置橡皮塞,并将其打孔(孔洞必须垂直且位于塞中央),插入长 6~7cm,内径较搅拌棒略粗的玻璃管,取一段长约 2cm,内径必须与搅拌棒紧密接触,弹性较好的橡皮管套于玻璃管上端,然后自玻璃管下端插入已制好的搅拌棒。这样,固定在玻璃管上端的橡皮

管因与搅拌棒紧密接触而达到了密闭的效果。在搅拌棒和橡皮管之间滴入少量甘油,对搅拌棒可起润滑和密闭作用。搅拌棒的上端用橡皮管与固定在电动机轴上的一支短玻璃棒连接,下端接近三颈瓶底部约3~5mm处,搅拌时要避免搅拌棒与玻璃管相碰。这种简易密封装在一般减压(10~12mmHg*)时也可使用。在进行操作时应将中间瓶颈用铁夹夹紧,从仪器的正面和侧面仔细检查,进行调整,使整套仪器正直。开动搅拌器,试验运转情况。当搅拌棒和玻璃管间不发出摩擦的响声时,才能认为仪器装配合格;否则,需要再进行调整。

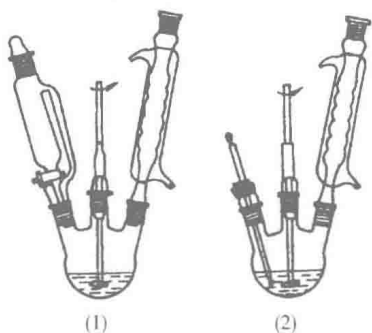


图 1-7 搅拌装置

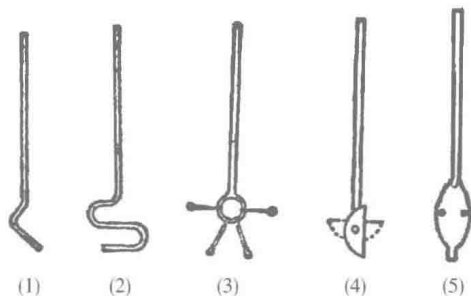


图 1-8 搅拌棒

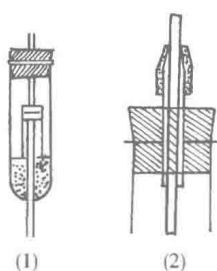


图 1-9 密封装置

(5) 实验装置的装配方法:对于不同的实验,其实验装置的装配是不同的,它将在有关内容中详述。在这里只是指出装配仪器的重要性,及装配各类仪器时应当遵循的共同要求。仪器装配得正确与否,对实验的成败,有很大关系。因此,在装配仪器装置时,应该注意以下几点:①选用的玻璃仪器和配件都要洗净或烘干,否则会影响产品的质量或产量。②选用的仪器要恰当。例如,在需要加热的实验中,若需选用圆底烧瓶时,应选用坚固的,其容积大小应使所盛的反应物占其容积的1/2左右,最多不超过2/3。③在装配仪器时,应首先选定主要仪器的位置,然后按照一定的顺序逐个地装配其他仪器。例如在装配蒸馏装置和加热回流装置时,应首先固定好蒸馏烧瓶和圆底烧瓶的位置。该位置应根据热源的高低而定,然后,用铁夹牢固地夹住,不宜太松或太紧。铁夹决不能与玻璃直接接触,而应套上橡皮管,贴上石棉垫或用石棉绳或绒布包扎起来。需要加热的仪器应夹住仪器受热最低的位置。冷凝管则应夹住其中央部分。④在装配常压下进行反应的仪器时,仪器装置必须与大气相通,决不能密闭;否则加热后,产生的气体或有机物的蒸气,在仪器内膨胀,会使压力增大,易引起爆炸。有些反应需进行无水操作,为避免空气中湿气的作用,有时在仪器和大气相通处,安装一个氯化钙干燥管。⑤仪器装配应严密、正确。这样可保证反应物不受损失,实验进行顺利,还可避免挥发性易燃液体的蒸气逸出容器外,造成着火或爆炸或中毒等事故。磨口仪器装配较易严密和正确,但一般采用橡皮塞连接仪器配件,则选用的塞子和塞孔的大小必须合适,才能严密和正确。⑥安装仪器时,一般是从左到右,从下到上。拆卸仪器时最好按安装时的方向相反的顺序,逐个地拆除。⑦在实验操作前,应仔细检查仪器装配得是否严密,有无错误;如有错误,应立刻改正。

1.4.5 常用仪器设备

(1) 电吹风:实验室中使用的电吹风,应可吹冷风和热风,供干燥玻璃仪器之用。

(2) 调压变压器:调压变压器是调节电源电压的一种装置,常用来调节加热电炉的温度,调整电动搅拌器的转速等,使用时应注意:

* 1mmHg=0.133kPa。

1) 电源应接到注明为输入端的接线柱上,输出端的接线柱与搅拌器或电炉等的导线连接,切勿接错。同时变压器应有良好的接地。

2) 调节旋钮时应当均匀缓慢,防止因剧烈摩擦而引起火花及炭刷接触点受损,如炭刷磨损较大时应予更换。

3) 不允许长期过载,以防止烧毁或缩短使用期。

4) 炭刷及绕线组接触表面应保持清洁,经常用软布抹涂炭尘。

5) 使用完毕后应将旋钮调回零位,并切断电源,放在干燥通风处,不得靠近有腐蚀性的物体。

(3) 电动搅拌器:电动搅拌器常在有机实验中作搅拌用,一般适用于油水等溶液,不适用于过黏的胶状溶液;若超负荷使用,很容易发热而烧毁。使用时必须接上地线。平时应注意经常保持清洁干燥,防潮防腐蚀。轴承应经常保持润滑,每月加润滑油一次。

(4) 磁力加热搅拌器:磁力加热搅拌器可同时进行加热与搅拌,特别适合微型实验。搅拌的产生是通过磁场的不断旋转变换来带动容器中搅拌磁子的转动,转速可用调速器调节。搅拌时,调速器旋钮应慢慢旋转,过快会使磁子脱离磁场而不停地跳动,这时应立即将旋钮调到停位,待磁子停止跳动后,再逐步加速。

(5) 烘箱:烘箱用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热时不分解的药品。挥发性易燃烧或以乙醇、丙酮淋洗过的玻璃仪器,切勿放入烘箱内,以免发生爆炸。

烘箱使用说明:接上电源后,即可开启加热开关,再将控温旋钮由“0”位顺时针旋至一定程度(视烘箱型号而定),此时烘箱内即开始升温,红色指示灯发亮。若有鼓风机,可开启鼓风机开关,使鼓风机工作。当温度计升至工作温度时(由烘箱顶上温度计读数观察得知),即将控温器旋钮按逆时针方向旋回,旋至指示灯刚熄灭。在指示灯明灭交替处,即为恒温定点。一般干燥玻璃仪器时应先沥干,无水滴下时才放入烘箱,升温加热,将温度控制在 $100 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 。实验室中的烘箱是公用仪器,往烘箱里放玻璃仪器时,自上而下依次放入,以免残留的水滴流下,使已烘热的玻璃仪器炸裂。取出烘干后的仪器时,应用干布衬手,防止烫伤。取出后不能碰水,以防炸裂。取出后的热玻璃器皿,若任其自行冷却,则器壁常会凝上水气,可用电吹风吹入冷风助其冷却。

(6) 显微熔点仪和阿贝折光仪:二者将在后面有关章节详细介绍。

(7) 电子天平:电子天平是随着电子技术的发展而发展起来的一种新型称量工具,是光电天平的更新换代产品,具有操作方便、称量范围大、精确、稳定性好等特点。

1.5 仪器的清洗、干燥和保养方法

1.5.1 常用仪器的清洗

在进行实验时,为了避免杂质混入反应物中,必须用清洁的玻璃仪器。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。最后再用自来水清洗。有时去污粉的微小粒子会黏附在玻璃器皿壁上,不易被水冲走。此时可用 2% 盐酸摇洗一次,再用自来水清洗。当仪器倒置,器壁不挂水珠时,即已洗净,可供一般实验需用。在某些实验中,当需要更洁净的仪器时,则可使用洗涤剂洗涤。若用于精制产品,或供有机分析用的仪器,则尚须用蒸馏水摇洗,以除去自来水冲洗时带入的杂质。

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。因为污物的性质在当时是清楚的,容易用合适的方法除去。例如已知瓶中残渣为碱性时,可用稀盐酸或稀硫酸溶解;反之,酸性残渣可用稀的氢氧化钠溶液除去。如已知残留物溶解于某常用的有机溶剂中,可用适量的该溶剂处理。当不清洁的仪器放置一段时间后,往往由于挥发性溶剂的逸去,使洗涤工作变得更加困难。若用过的仪器中有焦油状物,则应先用纸或去污粉擦去大部分焦状物后,再酌情用各种方法清洗。

必须反对盲目使用各种化学试剂和有机溶剂来清洗仪器。这样不仅造成浪费,而且还可能带来危险。

1.5.2 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,否则阻碍反应正常进行。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(洗净的标志是:玻璃仪器的器壁上不应附着不溶物或油污,装着水把它倒过来,水顺着器壁流下,器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜,不挂水珠)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,干后留有污迹。

(2) 烘干: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 $100 \sim 155^{\circ}\text{C}$ 片刻即可。当把已烘干的玻璃仪器拿出来时,最好先在烘箱内降至室温后才取出,切不可让很热的玻璃仪器沾上冷水,以免破裂。

(3) 吹干:用气流烘干机,或用吹风机把仪器吹干。

(4) 有机溶剂干燥:急用时可用有机溶剂助干,即往仪器内依次注入少量乙醇、乙醚,然后转动仪器让溶剂在内壁流动,全部润湿后倒出,再用电风吹干以达到快干的目的。

1.5.3 常用仪器的保养方法

有机化学实验的各种玻璃仪器的性质是不同的,必须掌握它们的性能、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。下面介绍几种常用的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,使用时要特别留心。不能用温度计当搅拌棒使用,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;否则,会使汞球变形,导致读数不准。

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开。应悬挂在铁座架上,待冷却后把它洗净抹干、放回温度计盒内,盒底要垫上一小块棉花。如果是纸盒,放回温度计时要检查盒底是否完好。

(2) 冷凝管:冷凝管通水后较重,所以装冷凝管时应将夹子夹紧在冷凝管重心的地方,以免翻倒。如内外管都是玻璃质的,则不适用于高温蒸馏用。

洗刷冷凝管时要用长毛刷,如用洗涤液或用有机溶液洗涤时,用软木塞塞住一端。

不用时,应直立放置,使之易干。

(3) 分液漏斗:分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂口的,若非原配,就可能不严密。所以,使用时要注意保护它,各个分液漏斗之间也不要互相调换,用后一定要在活塞和盖子的磨口间垫上纸片,以免长时间放置后难以打开。

1.6 实验预习、记录和实验报告

1.6.1 实验预习

有机化学实验课是一门带有综合性的理论联系实际的课程,同时,也是培养学生独立工作能力的重要环节,因此,要达到实验的预期效果,必须在实验前认真地预习好有关实验内容,做好实验前的准备工作。

实验前的预习,归结起来是看、查、写。