

基础化学实验丛书

丛书主编 徐国财

有机化学实验

马祥梅 主 编
刘维新 副主编

YOUJI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

基础化学实验丛书

丛书主编 徐国财

有机化学实验

马祥梅 主 编

刘维新 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书简要介绍了实验室安全常识、有机化学实验常用玻璃仪器和反应装置等有机化学实验基础知识；详细介绍了玻璃工操作、加热、冷却、萃取与洗涤、干燥等基本操作，有机化合物分离与提纯，色谱分析，光谱分析，有机化合物物理常数的测定等有机化学实验基本技术。在此基础上，列举了 37 个实验，包括基础有机合成实验、分离和提取实验、综合性实验、设计性实验、研究性实验。

本书适合于化学工程、应用化学、环境工程、轻化工程、材料科学等相关专业使用，也可作为从事化学实验的技术人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/马祥梅主编. —北京: 化学工业出版社,
2011.8
(基础化学实验丛书)
ISBN 978-7-122-11893-6

I. 有… II. 马… III. 有机化学-化学实验 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 143859 号

责任编辑: 宋林青
责任校对: 郑捷

文字编辑: 林媛
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 8 $\frac{3}{4}$ 字数 209 千字 2011 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

有机化学是化学、化工、材料、环境、医药等专业的一门重要基础课，随着有机化学研究和应用的发展，相关课程内容及教材的更新对有机化学实验提出了新的要求。结合有机化学的发展趋势和多年教学的经验积累，我们对现行的实验教材进行了更新和修订，使本教材具有以下特色。

1. 强调对学生实验基本技能的训练，基本操作部分选择了进行有机化学实验所必须掌握的基本操作技能，单独安排了实验。在选编有机合成实验时，既考虑到有机反应类型的重要性和代表性，又在有机化合物的合成、分离提纯、分析鉴定中运用这些基本技能。

2. 为了满足有机化学实验的基本教学要求以及学生所学专业的需要，精心选择实验内容。在制备实验中删去过于简单和陈旧的实验，增加效果较好或稍有难度的制备实验。实验药品用量和玻璃仪器仍保持小量规模和实验的绿色化，这样既能够节约经费，又能节省学时，且能保证实验效果。

3. 把有机化学实验教学和科技训练相结合，借助于有关教师的研究课题，增加了具有一定科研性的研究性实验，引导学生发散性思维，学会举一反三，从而增强其独立从事相关工作的能力，力图为后续课程的学习打下良好的基础。

本书是徐国财教授组织编写的《基础化学实验丛书》中的一本。参加本书编写和实验校核工作的有张晓梅、刘维新、倪惠琼、马祥梅、周桂娥、冯道全、葛跃等教师，马祥梅统稿。最后由徐国财教授、张晓梅教授审定，并提出了许多宝贵的意见和修改建议。同时得到了安徽理工大学和化学工业出版社的大力支持，在此向他们致以衷心的感谢。限于编者水平有限，加之编写时间仓促，书中疏漏与不妥之处，敬请读者批评指正。

编者
2011年5月

目 录

▣ 第一篇	有机化学实验基础知识	1
1.1	实验室安全教育	1
1.1.1	实验室的一般注意事项	1
1.1.2	实验室常见事故及其预防和处理方法	1
1.1.3	实验室急救常识	2
1.2	有机化学实验预习、记录和实验报告	3
1.2.1	实验预习	3
1.2.2	实验记录	3
1.2.3	实验报告	5
1.3	有机化学实验常用玻璃仪器简介	6
1.3.1	常用的玻璃仪器	6
1.3.2	常用配件	7
1.4	有机化学实验常用反应装置简介	8
1.4.1	仪器的连接	8
1.4.2	基本反应装置	9
1.4.3	有机实验仪器装置原则	11
1.5	有机化学实验常用文献资源	12
1.5.1	常用工具书	12
1.5.2	常用期刊文献	13
1.5.3	网络资源	13
▣ 第二篇	有机化学实验基本技术	15
2.1	有机化学实验基本操作	15
2.1.1	仪器的洗涤和干燥	15
2.1.2	简单玻璃工操作	16
2.1.3	加热、冷却	19

2.1.4	萃取与洗涤	21
2.1.5	有机物的干燥	24
2.2	固体有机化合物的分离和提纯	25
2.2.1	重结晶	25
2.2.2	升华	30
2.3	液体有机化合物的分离与提纯	31
2.3.1	常压蒸馏	31
2.3.2	减压蒸馏	33
2.3.3	水蒸气蒸馏	36
2.3.4	分馏	38
2.4	色谱法	39
2.4.1	薄层色谱	39
2.4.2	柱色谱	42
2.4.3	气相色谱	45
2.5	有机化合物物理常数的测定	47
2.5.1	熔点及其测定	47
2.5.2	沸点及其测定及温度计的校正	48
2.5.3	折射率及其测定	50
2.6	光谱法鉴定有机化合物结构	52
2.6.1	紫外吸收光谱 (UV) 分析	52
2.6.2	红外吸收光谱	54
2.6.3	核磁共振谱	58
2.7	有机实验基本操作技术训练	61
2.7.1	简单玻璃工操作训练	61
2.7.2	熔点、沸点测定技术训练	61
2.7.3	蒸馏操作训练——工业乙醇的简单蒸馏	62
2.7.4	减压蒸馏操作训练——呋喃甲醛的纯化	64
2.7.5	水蒸气蒸馏操作训练——肉桂醛的提取	65
2.7.6	重结晶操作训练——工业苯甲酸粗品的重结晶	66
2.7.7	薄层色谱操作训练——薄层板的制备和镇痛药片 APC 组分的分离	67
第三篇	有机化合物制备实验	70
3.1	基础有机合成实验	70
3.1.1	卤代烃的制备	70
	实验 1 溴乙烷的制备	70
	实验 2 1-溴丁烷的制备	71
3.1.2	烯、醚的制备	74

实验 3	环己烯的制备	74
实验 4	正丁醚的制备	75
3.1.3	醇的制备	77
实验 5	2-甲基-2-己醇的制备	77
实验 6	苯甲醇的制备	79
3.1.4	酮的制备	81
实验 7	环己酮的制备	81
实验 8	对甲基苯乙酮的制备	82
3.1.5	羧酸的制备	84
实验 9	己二酸的制备	84
实验 10	肉桂酸的制备	86
3.1.6	羧酸衍生物的制备	87
实验 11	乙酸乙酯的制备	87
实验 12	乙酸正丁酯的制备	89
实验 13	乙酰苯胺的制备	90
3.1.7	芳香族磺酸的制备	92
实验 14	对甲苯磺酸的制备	92
实验 15	对氨基苯磺酸的制备	93
3.1.8	芳香族化合物的制备	94
实验 16	硝基甲苯的制备	94
实验 17	甲基橙的制备	96
实验 18	对叔丁基苯酚的制备	98
实验 19	双酚 A 的制备	100
3.2	基础有机分离、提取实验	102
实验 20	茶叶中提取咖啡因	102
实验 21	绿色植物叶中叶绿素的提取和分离	104
实验 22	黄连中黄连素的提取及产品的检验	105
实验 23	烟叶中提取尼古丁	107
3.3	综合性实验	108
实验 24	乙酰水杨酸的合成与产品纯度鉴定	109
实验 25	呋喃甲酸和呋喃甲醇的制备及纯度检验	111
实验 26	微波辐射促进苯甲酸的合成与其含量的测定	113
实验 27	红辣椒中红色素的提取、分离及紫外光谱测定	115
3.4	设计性实验	116
3.4.1	具体实验要求	117
3.4.2	评分标准	117

实验 28	多组分混合物的分离	117
实验 29	食品香精的研制及纯度检验	118
实验 30	取代烷基苯的氧化反应研究——取代苯甲酸的制备	119
3.5	研究性实验	119
实验 31	特定取代度羧甲基- β -环糊精制备	120
实验 32	蔗糖脂肪酸单酯的制备方法对性能影响	120
实验 33	侧链长度对聚羧酸系超塑化剂超塑化性能影响	121
实验 34	双丙酮丙烯酰胺的合成研究	122
实验 35	烷基糖苷的制备及应用研究	123
实验 36	一种笼型倍半硅氧烷的合成研究	124
实验 37	纳米金属复合高分子材料的合成与表征	125
▣ 附录	危险化学品安全基础知识	127
参考文献		131

第一篇 有机化学实验基础知识

1.1 实验室安全教育

1.1.1 实验室的一般注意事项

为了保证有机化学实验正常进行,培养良好的实验习惯,并保证实验室的安全,学生必须严格遵守以下实验守则。

- ① 切实做好实验前的准备工作。
- ② 进入实验室时,应熟悉实验室灭火器材、灭火砂的放置地点和使用方法。
- ③ 听从教师的指导,尊重实验室工作人员的职权,按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。若要更改,须征求教师同意后,才可改变。
- ④ 应保持实验室的整洁。在整个实验过程中,应保持桌面和仪器的整洁,应使水槽保持干净。实验中所用药品,不得随意散失、遗弃。对反应中产生有害气体的实验应按相关技术操作进行处理,以免污染环境,影响身体健康。任何固体物质不能投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内。废酸和废碱液应小心地倒入废液缸内。
- ⑤ 对公用仪器和工具要加以爱护,应在指定地点使用并保持整洁。对公用药品不能任意挪动。保持药品架的整洁。节约水、电、煤气和药品。如有损坏仪器要办理登记换领手续。
- ⑥ 实验时应遵守纪律,保持安静,要求精神集中、认真操作、细致观察、积极思考、忠实记录(应备有实验记录本)。应注意仪器有无漏气、破裂以及反应进行是否正常等情况。实验过程中,非经教师许可,不得擅自离开。
- ⑦ 实验完毕离开实验室时,应把水、电和门窗关闭,值日生应打扫实验室,把废物倒净。
- ⑧ 实验结束后应细心洗手,严禁在实验室内吸烟或进食。

1.1.2 实验室常见事故及其预防和处理方法

在实验中经常使用有机试剂和溶剂,这些物质大多数都易燃、易爆,而且具有一定的毒性。虽然在选择实验时,尽量选用低毒性的溶剂和试剂,但是当大量使用时,对人体也会造成一定伤害,因此,防火、防爆、防中毒已成为有机实验中的重要问题。同时,还应注意安

全用电,防止割伤和灼伤事故的发生。

(1) 火灾的预防和处理方法

在有机化学实验中,常使用一些易挥发、易燃烧的溶剂,操作不慎,易引起着火事故。为了防止火灾的发生,必须随时注意以下几点。

① 不能用烧杯等敞口容器装盛或加热易挥发、易燃液体,如乙醚、苯、乙醇、丙酮等,并远离火源。加热时要根据实验要求及易燃物的特点,选择仪器装置和热源,尽可能采用水浴、油浴或电加热装置。一定要慎重选择,尽量避免明火!

② 实验室里不许大量贮放易燃物。

③ 用过的溶剂要设法回收,不能倒入废物桶内,切勿将燃着的火柴梗丢进废物桶内。

一旦发生火灾,应保持沉着镇静。首先,应拉下电闸,切断电源,然后迅速把周围容易着火物品移开,防止火势蔓延,向火源撒沙子或用石棉布覆盖火源。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。有机溶剂燃烧时,在大多数情况下,严禁用水灭火。如果是电气设备着火,应先切断电源再用四氯化碳灭火器灭火。

衣服着火时,绝不要奔跑,应立刻用石棉布覆盖着火处或赶紧把衣服脱下;若火势较大,应一面呼救,同时立刻卧地打滚,绝不能用水浇泼。

实验室内着火时应根据具体情况采用四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、泡沫灭火器等灭火器材。无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

(2) 爆炸的预防和处理方法

在有机化学实验中,发生爆炸事故的原因及预防处理方法大致如下。

① 某些化合物容易爆炸。有机过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯等,受热或敲击,均会爆炸。含过氧化物的乙醚蒸馏时,有爆炸的危险,事先必须除去过氧化物。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。卤代烷勿与金属钠接触,因反应太猛往往会发生爆炸。

② 仪器装置不正确或操作错误,有时会引起爆炸。若在常压下进行蒸馏和加热回流,仪器装置必须与大气相通。

③ 切勿使易燃易爆的气体接近火源,有机溶剂如乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混时极其危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

④ 遵守高压钢瓶的使用规则。

1.1.3 实验室急救常识

① 玻璃割伤 应及时挤出污血,用消毒过的镊子取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红汞水,再用绷带包扎;如伤口较大,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止出血,立即就医。

② 烫伤 若伤势较轻,在伤处涂以苦味酸溶液、玉树油、蓝油烃或硼酸油膏;若伤势较重,立即就医。

③ 酸、碱或溴液灼伤 酸液、碱液或溴液溅入眼中,立即先用大量水冲洗;若为酸液或溴液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗,若为碱液,则再用1%硼酸溶液冲洗;最后用水洗。重伤者经初步处理后,立即就医。皮肤被酸或碱液灼伤时,伤处首先用大量水冲洗;若为酸

液灼伤,再用饱和碳酸氢钠溶液洗;若为碱液灼伤,则再用1%醋酸溶液洗;最后都用水洗,再涂上药用凡士林。被溴液灼伤时,伤处立刻用石油醚冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,然后用蘸有甘油的棉花擦,再敷以油膏。

④ 中毒 溅入口中尚未咽下者应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即就医。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。不论酸或碱中毒皆以牛奶灌注,不要吃呕吐剂,刺激剂及神经性毒物中毒,先喝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。吸入气体中毒者,将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

⑤ 急诊就医时,可拨打120急救电话。

1.2 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。

1.2.1 实验预习

为了使实验能够获得良好的效果,避免事故,实验前必须认真预习。对所做的实验尽可能全面深入地了解 and 认识,预习的内容主要包括:

① 阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容(含理论部分、操作部分);

② 明确本实验的目的、要求,实验原理(化学反应原理和操作原理);

③ 了解实验所用试剂及产物的物理、化学性质及规格用量,实验所用的仪器装置,实验的操作程序和操作要领,实验注意事项及可能出现的现象和可能发生的事故;

④ 在预习的基础上,写好预习报告,预习报告也就是实验提纲,它包括实验名称、实验目的、实验原理、主要试剂和产物的物理常数、试剂规格用量、装置示意图和操作步骤。

学生预习不够充分,教师可让学生停止实验,要求在了解实验内容之后再进行实验。

预习时,应思考每一步操作的目的是什么,为什么这么做,要弄清楚本次实验的关键步骤和难点,实验中有哪一些安全问题。预习是做好实验的关键,只有预习好了,实验时才能做到又快又好。

1.2.2 实验记录

(1) 实验要求

根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作,并应该做到下列几点。

① 认真操作,仔细观察现象,并及时、如实地做好详细记录。

② 如果发现实验现象和理论不符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,也可以做对照试验、空白试验或自行设计的实验来核对,必要时应多次重做验证,从中得到有益的科学结论和学习科学思维的方法。

③ 实验过程中应勤于思考,仔细分析。力争自己解决问题。但遇到疑难问题而自己难

以解决时,可请指导教师指点。

④ 在实验过程中应保持安静,讨论时声音要小,严格遵守实验室工作规则。

(2) 实验记录

实验记录是原始性记录,是从事科学研究的第一手资料,是撰写实验报告的主要事实依据,是实验报告主要内容的“素材”。实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此,做好实验记录也是学生实验教学的一个重要环节。

实验记录的要求如下。

① 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,应认真如实记录。同时还应记录加入原料的颜色、状态和加入的量以及产品的颜色、状态、质量、熔点或沸点等物理化学数据。记录时,要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要,条理清楚。

② 有机化学实验记录必须在专门的练习簿上进行记录。不能用单页纸片记录,更不能凭“脑子”记忆而不作书面记载。而且有机化学实验记录本必须逐页进行编号,不得“缺页”、“缺号”。因此进行编号后的记录本,不得随意撕页。实验记录要用钢笔填写,不能用铅笔。实验记录中,即使有涂改或污损,只能用钢笔划去,不能撕页。

③ 实验记录是“现场”记录,不能靠实验后“追忆”。记录内容要真实、客观,要实事求是地反映观察到的情况。

④ 有机化学实验原始记录样板(以溴乙烷的制备为例)。

实验项目名称 溴乙烷的制备				
姓名	学号	合作者	实验日期	天气
实验时间	实验步骤	实验现象	备注	
14:30	安装回流反应装置		接收瓶放入 20mL 水,用冷却水	
14:45	50mL 圆底瓶中放入 9mL 水,小心加入 18mL 浓 H_2SO_4 ,振摇冷却	放热		
14:50	再加 10mL 95% 乙醇			
15:00	振荡并加入 13g NaBr,同时用水浴冷却	固体成碎粒状,部分溶解		
15:10	加入几粒沸石,开始加热			
15:25	出现大量细泡沫,冷凝管中有馏出液,乳白色油状物沉在水底			
16:15	固体消失			
16:25	停止加热	烧瓶中溶液呈淡黄色透明状		
16:30	用分液漏斗分出油层	油层(上层)变透明	油层约 8mL	
16:35	油层用冷水冷却,滴加 5mL 浓 H_2SO_4 ,振摇后静置分层,分去下层 H_2SO_4			
16:50	安装好蒸馏装置		接收瓶重 43.0g	
17:05	水浴开始加热,蒸馏油层	20℃		
17:10	开始有馏出液	35℃		
17:15	开始收集	38℃		
17:29	蒸馏结束	39℃	产品+接收瓶重 49.7g,外观澄清透明	
17:40	测定产品折射率		折射率为 1.4620	
任课教师签名				

1.2.3 实验报告

实验报告是将实验操作、实验现象及所得的各种数据归纳总结、分析提高的过程,是把直接的感性认知提高到理性认识的必要步骤。也是向指导教师报告、与他人交流及储存备查的手段。不同类型的实验有不同的报告格式。

实验报告应当以实验原理为指导,实验记录为根据,统一采用 GB 3101—93《有关量、单位和符号的一般原则》规定的单位与符号,按规范化的格式撰写。要用钢笔书写,不能用铅笔。书写应字迹端正,简明扼要,整齐清洁,不得潦草。作图要规范、不能随手勾画。

实验报告的主要内容如下。

① 实验目的要求 简述该实验所要求达到的目的和要求。

② 实验原理 对于有机合成反应应简要介绍实验的基本原理,主要反应方程式及副反应方程式。文字要简洁。

③ 实验所用的仪器、试剂 要写明所用仪器的型号、数量、规格;试剂的名称、规格。

④ 主要试剂(包括反应物和生成物)的物理常数 列出主要试剂的相对分子质量、相对密度、熔点、沸点和溶解度等。

⑤ 实验装置图 要用直尺等作图工具,按比例规范化作图,同时应避免概念性错误,例如,简单蒸馏装置图中温度计水银泡的位置绘得过高或过低。如果自己使用的或做的与指导书上不同,则按实际使用的装置图绘制。

⑥ 实验内容、步骤 要求简明扼要,尽量用表格、框图、符号表示。按实际操作的程序记载,不要照搬书上。

⑦ 结论和数据处理 化学现象的解释最好用化学反应方程式,如果是合成实验要写明产物的特征、产量,并计算产率。绝不允许伪造实验现象和数据。

a. 样品外观、色泽、晶形(固体)。

b. 样品质量(或体积),产率计算(实际产量/理论产量 $\times 100\%$)。在计算理论产量时,应注意有多种原料参加反应时,以最不足的那种原料的量为准;不能用催化剂或引发剂的量来计算;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。

c. 物理常数值,如熔点(固体)、沸点、折射率(液体)、红外光谱图等。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。

⑧ 实验结果讨论 对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。分析产生误差的原因,对实验方法、教学方法、实验内容、实验装置等提出意见或建议。包括回答思考题。

a. 对实验结果和产品进行分析。

b. 回答实验讲义中的问题。

c. 讨论实验中的有关问题,如实验中的正常或异常现象及原因分析;物理常数值、反应产率高低、产物色泽等原因的讨论;本人实验操作的回顾及操作经验总结;实验装置与步骤的改进意见等。实验讨论部分是实验者发挥创造性思维的园地,实验者不仅应当善于操作,还应当善于发现,善于总结与提高。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表达的能力。

1.3 有机化学实验常用玻璃仪器简介

1.3.1 常用的玻璃仪器

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的锥形瓶、烧杯、布氏漏斗、量筒、普通漏斗等。所谓标准磨口仪器，是指标准磨塞和标准磨口的直径都采用国际通用的统一尺寸，其锥度比例均为 1/10，由硬质玻璃制成。同类规格的标准磨口仪器可任意互换。这类仪器的品种有：烧瓶、冷凝管、尾接管、蒸馏头等，使用时可查阅有关资料。使用标准磨口仪器，口与塞对合后，不要在干态下转动摩擦，以免损伤磨面。

(1) 烧瓶

① 圆底烧瓶 见图 1-1(a)，能耐热和承受反应物（或溶液）沸腾以后所发生的冲击振动。在有机化合物的合成和蒸馏实验中最常使用。

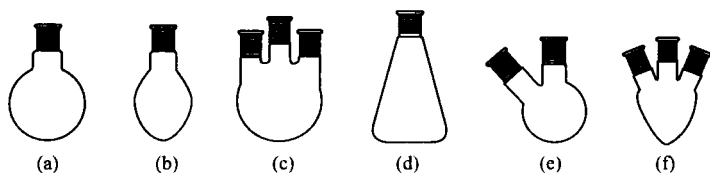


图 1-1 标准磨口仪器

(a) 圆底烧瓶；(b) 梨形烧瓶；(c) 三口烧瓶；(d) 锥形瓶；

(e) 二口烧瓶；(f) 梨形三口烧瓶

② 梨形烧瓶 见图 1-1(b)，性能和用途与圆底烧瓶相似。它的特点是在合成少量有机化合物时可在烧瓶内保持较高的液面，蒸馏时残留在烧瓶中的液体少。

③ 三口烧瓶 见图 1-1(c)，最常用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌器，两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

④ 锥形瓶 见图 1-1(d)，常用于有机溶剂进行重结晶的操作，或有固态产物生成的合成实验中，因为生成的固态物容易从锥形烧瓶中取出来。通常用作常压蒸馏实验的接收器，

但不能用作减压蒸馏实验的接收器。

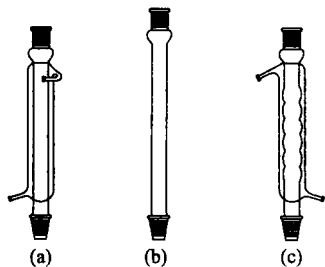


图 1-2 冷凝管

(a) 直形冷凝管；(b) 空气冷凝管；

(c) 球形冷凝管

⑤ 二口烧瓶 见图 1-1(e)，常用在半微量、微量制备实验中作为反应瓶，中间口接回流冷凝管、微型蒸馏头、微型分馏头等，侧口接温度计、加料管等。

⑥ 梨形三口烧瓶 见图 1-1(f)，用途似三口烧瓶，主要用于半微量、小量制备实验中，作为反应瓶。

(2) 冷凝管

① 直形冷凝管 见图 1-2(a)，蒸馏物质的沸点在 140°C 以下时，要在夹套内通水冷却；但超过 140°C 时，冷凝管往往会在内管和外套的接合处炸裂。

② 空气冷凝管 见图 1-2(b)，当蒸馏物质的沸点高于 140°C 时，常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

③ 球形冷凝管 见图 1-2(c)，其内管的冷却面积较大，对蒸气的冷凝有较好的效果，适用于加热回流的实验。

(3) 漏斗

① 普通漏斗 见图 1-3(a)、图 1-3(b)，在普通过滤时使用。

② 分液漏斗 见图 1-3(c)、图 1-3(d) 和图 1-3(e)，用于液体的萃取、洗涤和分离；有时也可用于滴加试剂。

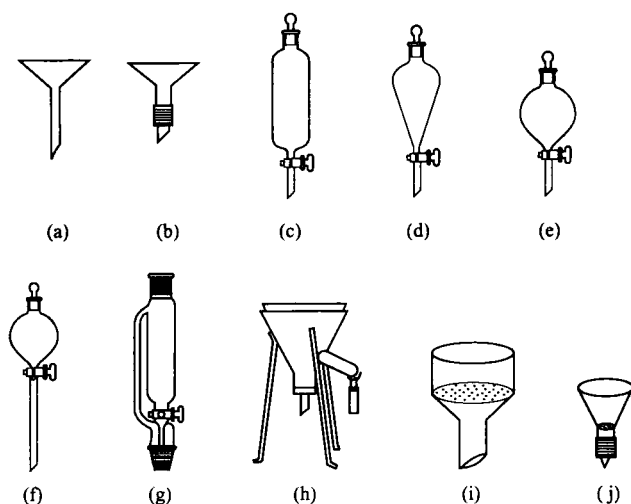


图 1-3 漏斗

(a) 长颈漏斗；(b) 带磨口漏斗；(c) 筒形分液漏斗；(d) 梨形分液漏斗；
(e) 圆形分液漏斗；(f) 滴液漏斗；(g) 恒压滴液漏斗；(h) 保温漏斗；
(i) 布氏漏斗；(j) 小型多孔板漏斗

③ 滴液漏斗 见图 1-3(f)，能把液体一滴一滴地加入反应器中，即使漏斗的下端浸没在液面下，也能够明显地看到滴加的快慢。

④ 恒压滴液漏斗 见图 1-3(g)，用于合成反应实验的液体加料操作，也可用于简单的连续萃取操作。

⑤ 保温漏斗 见图 1-3(h)，也称热滤漏斗，用于需要保温的过滤。它是在普通漏斗的外面装上一个铜质的外壳，外壳中间装水，用煤气灯加热侧面的支管，以保持所需要的温度。

⑥ 布氏漏斗 见图 1-3(i)，是瓷质的多孔板漏斗，在减压过滤时使用。小型玻璃多孔板漏斗用于减压过滤少量物质。

⑦ 还有一种类似图 1-3(b) 的小口径漏斗，附带玻璃钉，过滤时把玻璃钉插入漏斗中，在玻璃钉上放滤纸或直接过滤，见图 1-3(j)。

1.3.2 常用配件

图 1-4 所示配件多数用于各种仪器的连接。

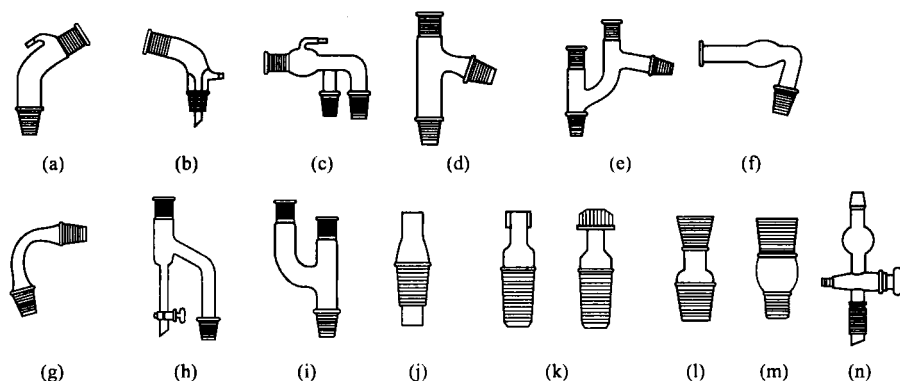


图 1-4 常用配件

- (a) 尾接管；(b) 真空尾接管；(c) 双头接引管；(d) 蒸馏头；(e) 克氏蒸馏头；
 (f) 弯形干燥管；(g) 75°弯管；(h) 分水器；(i) 二口连接管；(j) 搅拌套管；
 (k) 螺口接头；(l) 大小接头；(m) 小大接头；(n) 三通旋塞

1.4 有机化学实验常用反应装置简介

1.4.1 仪器的连接

有机化学实验中所用玻璃仪器间的连接一般采用两种形式：塞子连接和磨口连接。现大多使用磨口连接。除了少数玻璃仪器（如分液漏斗的上、下磨口部位是非标准磨口）外，绝大多数仪器上的磨口是标准磨口。我国标准磨口是采用国际通用技术标准，常用的是锥形标准磨口。玻璃仪器的容量大小及用途不同，可采用不同尺寸的标准磨口。常用的标准磨口系列如下：

编 号	10	12	14	19	24	29	34
大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

标准磨口仪器使用完毕必须立即拆卸，洗净，各个部件分开存放，否则磨口的连接处会发生黏结，难于拆开。非标准磨口部件（如滴液漏斗的旋塞）不能分开存放，应在磨口间夹上纸条或涂抹凡士林以免日久黏结。一旦发生黏结，可采取以下措施。

① 将磨口竖立，往上面缝隙间滴几滴甘油。如果甘油能慢慢地渗入磨口，最终能使连接处松开；

② 使用热吹风、热毛巾或在教师指导下小心用酒精灯火焰烘烤磨口外部，仅使外部受热膨胀，内部还未热起来，再试验能否将磨口打开；

③ 将黏结的磨口仪器放在水中逐渐煮沸，常常也能使磨口打开；

④ 用木板沿磨口轴线方向轻轻地敲外磨口的边缘，振动磨口也会松开；

⑤ 把黏结的磨口仪器放在超声仪的水中，在超声和加热的共同作用下，过一段时间也可打开。

无论采用以上何种方法，如果磨口表面已被碱性物质腐蚀，黏结的磨口一般就很难打开了。

1.4.2 基本反应装置

(1) 回流冷凝装置

在室温下,有些化学反应速率很小或难于进行。为了使反应尽快地进行,常常需要使反应物质较长时间保持沸腾。在这种情况下,就需要使用回流冷凝装置,使反应能够在较高温度下进行,同时其蒸气又能不断地在冷凝管内冷凝而返回反应器中,以防止反应瓶中的物质逃逸损失。图 1-5(a) 是最简单的回流冷凝装置。将反应物质放在圆底烧瓶中,在适当的热源上或热浴中加热。直立的球形冷凝管夹套中自下而上通入冷水,使夹套充满水,水流速度不必很快,能保持蒸气充分冷凝即可。加热的程度也需控制,使蒸气上升的高度不超过冷凝管的 $1/3$ 。

如果反应物怕受潮,可在冷凝管上端口上装接氯化钙干燥管来防止空气中湿气侵入 [见图 1-5(b)]。如果反应中会放出有害气体(如溴化氢等),可加接气体吸收装置 [见图 1-5(c)]。

(2) 滴加回流冷凝装置

有些反应很剧烈,放热量大,如将反应物一次加入,会使反应失去控制;有些反应为了控制反应物的选择性,也不能将反应物一次加入。在这些情况下,可采用滴加回流冷凝装置(图 1-6),将一种试剂逐渐滴加进去。常用恒压滴液漏斗进行滴加。

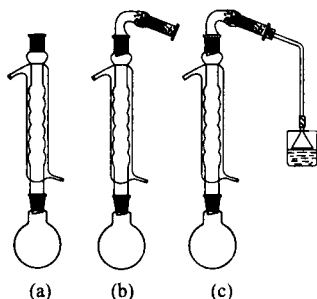


图 1-5 回流冷凝装置

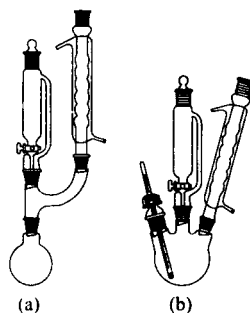


图 1-6 滴加回流冷凝装置

(3) 回流分水反应装置

在进行某些可逆平衡反应时,为了使正向反应进行到底,可将反应产物之一不断从反应混合物体系中除去,例如常采用回流分水装置除去生成物中的水分。在图 1-7 的装置中,有一个分水器,回流下来的蒸气冷凝液进入分水器,分层后,有机物密度小在上层,从分水器的支管处自动被送回烧瓶,而生成的水可从分水器下端的旋塞放出去。

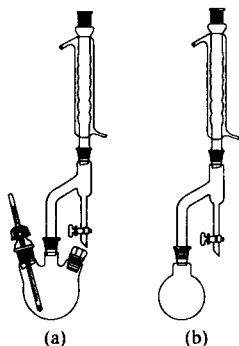


图 1-7 回流分水反应装置

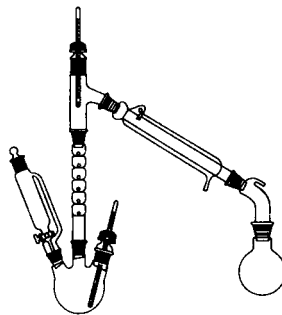


图 1-8 滴加蒸出反应装置