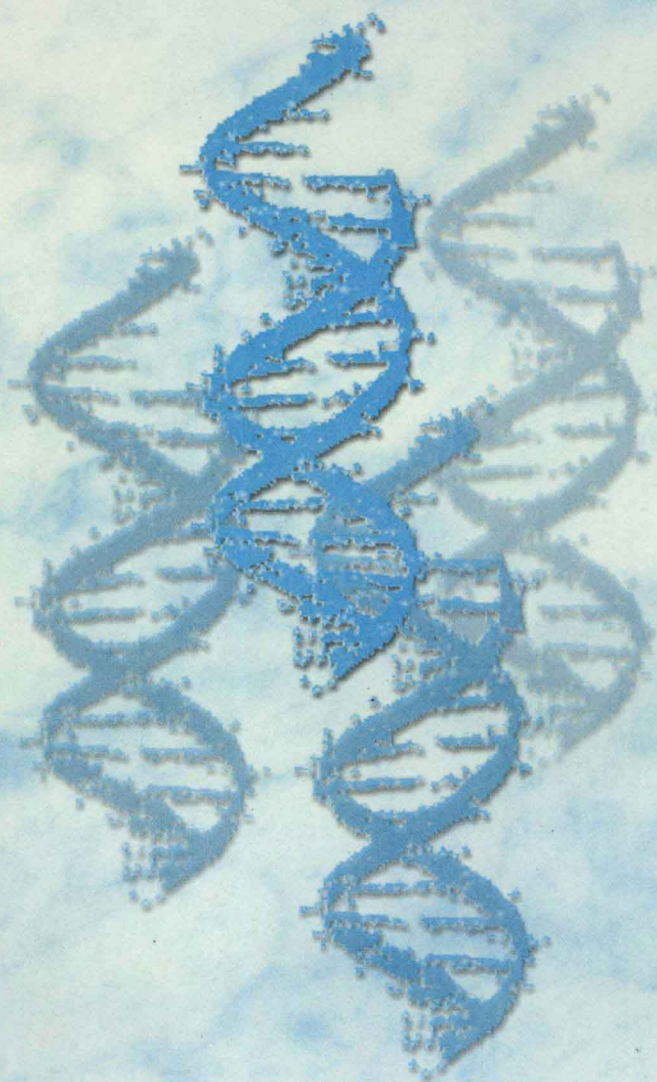


半微量有机化学实验

马东升 侯艳君 孙志忠 编 著



哈尔滨地图出版社

半微量有机化学实验

BANWEILIANG YOUJIHUAXUE SHIYAN

马东升 侯艳君 孙志忠 编著



哈尔滨地图出版社

• 哈尔滨 •

内 容 提 要

本书是编者在《有机化学实验》一书的基础上,根据近年来教学改革对有机化学实验教学内容更新的要求,在总结了多年来有机化学实验教学经验的基础上编写的。

本书的主要内容分为有机化学实验的一般知识、有机化学实验的基本原理及操作和实验部分。其中,实验部分精选了基本操作实验、化合物合成实验、天然有机物提取实验和化合物性质实验共 35 个实验。在化合物合成实验中,采用半微量合成,并强调了波谱技术在化合物鉴定中的应用。书末还附有常用数据表等。

本书可作为普通高等学校理工科的化学、化工、应用化学等专业的实验教材,也可供相关专业的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

半微量有机化学实验/马东升,侯艳君,孙志忠编著.
哈尔滨:哈尔滨地图出版社,2003.3
ISBN 7-80529-532-8

I.半... II.①马...②侯...③孙... III.半微量
有机合成—化学实验—高等学校—教材
IV.O621.3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 007320 号

哈尔滨地图出版社出版、发行
(地址:哈尔滨市南岗区测绘路 2 号 邮政编码:150086)
哈尔滨理工大学东区印刷厂印刷
开本:787 mm×1 092 mm 1/16 印张:10.75 字数:270 千字
2003 年 3 月第 1 版 2003 年 3 月第 1 次印刷
印数:1~1 000 定价:12.00 元

前 言

本书是编者在 2001 年编写出版的《有机化学实验》一书的基础上, 结合当前教学改革要求, 在总结多年来的有机化学实验教学经验和参考近年来国内外出版的同类教材的基础上编写而成的。

有机化学实验是大学本科重要的基础课之一, 一直受到各综合院校的重视。过去有机化学实验课通常采用的是常量有机合成实验, 试剂的平均使用量都在 10~25g (mL), 再加上相应的溶剂, 每年都要消耗大量的低沸点、易燃、易爆、有毒的有机溶剂和各种试剂。一方面大量的化学药品需要占用较多的实验经费, 加重了学校的负担; 另一方面大量的化学药品储存于实验室, 容易造成严重的污染, 对实验室也容易腐蚀, 同时低沸点、易燃、易爆有机溶剂也容易对实验室造成安全隐患; 除此之外, 实验完成后也会产生大量的废弃有机物, 容易对环境造成严重的危害。

微量反应技术在国内外基础课实验教学中受到广泛的关注和重视。相对于常量实验, 半微量实验无论是在实验技巧还是对实验者自身能力的发挥, 无论是实验的精密密度还是实验的准确性, 都对实验者提出了更高的要求。这既可以增强对学生的科研性实验能力的培养, 又更新和丰富了教学内容, 提高了教学质量。同时采用半微量实验能较大幅度地节约经费、减少环境污染、节约试剂量、提高实验效率、增强实验的安全性。

半微量有机化学实验应包括以下几方面内容: (1) 保障有机化学实验的基本操作的规范化训练; (2) 保障学生能借助半微量反应仪器进行各种有机化学反应, 同时能观察到反应过程中的物理化学变化; (3) 保障目标分子的合成, 使学生能在有机化学反应后, 经过提纯得到纯净的化合物, 并能获得合格的实验数据。因此实验内容的选择既要求是微量反应, 同时又不能过分追求微量; 所使用的仪器不能过分的微小, 要保障对基本概念和基本操作的训练, 以利于对学生实验技能的培养和训练。本书所设计的实验教学内容和相应的配套仪器能保障实现上述实验的教学目的。

全书的主要内容共分为以下几个部分: 第 1 章为有机化学实验的一般知识; 第 2 章为有机化学实验的基本原理及操作; 第 3 章为有机化学实验基本操作训练; 第 4 章为有机化合物的合成实验; 第 5 章为天然有机化合物的提取; 第 6 章为有机化合物的性质实验。在有机化学实验的基本原理及操作部分, 简单介绍了一些实验的基本原理, 并对相应的操作方法和要点作了较详尽的介绍。在第 3 章至第 6 章中, 我们精心挑选了 35 个典型的实验, 这些实验, 较全面地涉及了各种实验类型, 介绍了各种仪器的使用方法和各种基本操作方法。

为了提高实验教学的效果, 我们对每一个实验的实验目的和原理作了介绍。另外, 考虑到随着现代化学分析技术的迅速发展, 波谱学技术已成为分析和鉴定有机化合物的主要工具, 因此本书除了介绍气相色谱、薄层色谱、红外光谱及核磁共振谱的基本原理和应用以外, 还在绝大多数的有机化合物的合成实验中附有产物的红外光谱和核磁共振氢谱。

本书由马东升、侯艳君、孙志忠编著。在本书的编写和出版过程中，我们得到了黑龙江大学化学化工学院制药工程系闫鹏飞、高金胜、赵书清、高坡、吴振、乐征宇、郝文辉、初文毅等老师的热心指导和支持；同时，也得到化学化工学院基础实验中心的侯海歌、王玉杰、王阳老师的关心和帮助，在此一并致谢。

由于编写时间仓促和编者的水平有限，错误和遗漏之处在所难免，敬请读者批评指正。

编 者
2003 年 1 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 有机化学实验室安全常识	2
1.2.1 实验室的安全守则	2
1.2.2 实验室事故的预防、处理和急救	2
1.2.3 实验室常用的急救药品	5
1.3 有机化学实验常用仪器和设备	5
1.3.1 有机化学实验常用玻璃仪器	5
1.3.2 有机化学实验常用装置	7
1.3.3 仪器的选择及装配	10
1.3.4 塞子的选择	10
1.3.5 金属工具	11
1.3.6 常用电器设备	11
1.4 仪器的清洗、干燥和保养	13
1.4.1 仪器的清洗	13
1.4.2 仪器的干燥	13
1.4.3 常用仪器的保养	13
1.5 有机化学实验的预习、记录和实验报告	14
1.5.1 实验预习	14
1.5.2 实验记录	14
1.5.3 实验报告	14
第 2 章 有机化学实验的基本原理及操作	18
2.1 简单玻璃工操作	18
2.1.1 玻璃管(棒)的清洗、干燥和切割	18
2.1.2 弯玻璃管(棒)	19
2.1.3 拉毛细管	20
2.1.4 制搅拌棒和玻璃钉	20
2.1.5 玻璃管插入塞子的方法	20
2.2 有机化合物物理常数的测定	21
2.2.1 有机化合物的熔点测定及温度计的校正	21
2.2.2 有机化合物的沸点测定	24
2.2.3 折光率的测定	25
2.3 有机化学实验的加热、冷却及干燥	27

2.3.1	加热方法	27
2.3.2	冷却方法	28
2.3.3	干燥方法及干燥剂的使用	30
2.4	液体有机化合物的分离和提纯	35
2.4.1	简单蒸馏	35
2.4.2	简单分馏	39
2.4.3	减压蒸馏	42
2.4.4	水蒸气蒸馏	48
2.4.5	共沸蒸馏	51
2.5	固体有机化合物的分离和提纯	53
2.5.1	重结晶及过滤	53
2.5.2	升华	58
2.6	萃取	60
2.6.1	液-液萃取	61
2.6.2	液-固萃取	63
2.7	色谱分离技术	63
2.7.1	薄层色谱	63
2.7.2	气相色谱	66
2.8	有机化合物的结构确定	68
2.8.1	红外光谱(IR)	68
2.8.2	核磁共振氢谱($^1\text{H-NMR}$)	71
第3章	有机化学实验基本操作训练	76
实验1	简单玻璃工操作	76
实验2	萘的重结晶及过滤	77
实验3	熔点测定及温度计校正	78
实验4	无水乙醇的制备	79
实验5	薄层色谱	80
第4章	有机化合物的合成实验	82
实验6	1, 2 - 二溴乙烷的合成	82
实验7	正溴丁烷的合成	84
实验8	环己烯的合成	87
实验9	乙醚的合成	89
实验10	苯乙醚的合成	92
实验11	正丁醚的合成	94
实验12	2 - 甲基 - 2 - 丁醇的合成	95
实验13	2 - 甲基 - 2 - 己醇的合成	99
实验14	二苯甲醇的合成	101
实验15	三乙基苄基氯化铵的合成	102
实验16	苯胺的合成	103

实验 17 乙酰苯胺的合成	105
实验 18 甲基橙的合成	108
实验 19 苄叉丙酮的合成	111
实验 20 呋喃甲醇和呋喃甲酸的合成	113
实验 21 苯乙酮的合成	117
实验 22 邻苯二甲酸二丁酯的合成	120
实验 23 乙酸正丁酯的合成	123
实验 24 乙酰乙酸乙酯的合成	124
实验 25 肉桂酸的合成	128
实验 26 苦杏仁酸的合成	130
实验 27 对氨基苯甲酸的合成	133
第 5 章 天然有机化合物的提取	135
实验 28 从茶叶中提取咖啡碱	135
实验 29 从槐花米中提取芦丁	137
第 6 章 有机化合物的性质实验	139
实验 30 烷、烯、炔的性质	139
实验 31 卤代烃的性质	140
实验 32 醇、酚的性质	142
实验 33 胺的性质	144
实验 34 醛、酮的性质	146
实验 35 糖的性质	148
附录	152
附录 1 常见有机化学实验仪器	152
附录 2 常见元素相对原子质量	154
附录 3 常用有机溶剂的纯化	154
附录 4 常用酸碱溶液相对密度及质量分数	159
主要参考文献	162

第1章 有机化学实验的一般知识

有机化学是一门实验性很强的学科，学习有机化学必须做好有机化学实验。有机化学实验的教学目的和任务就是培养学生正确地进行化合物制备实验和性质实验、分离和鉴定最终产品的能力；了解红外光谱等仪器的使用；培养学生写出合格实验报告、初步掌握查阅文献的能力；培养学生掌握基本的实验工作方法和养成良好的工作习惯以及实事求是的科学态度。因此，我们首先介绍一些有机化学实验的基础知识，学生在进行有机化学实验之前，应当认真学习这部分知识。

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，保证实验室的安全，学生必须严格遵守有机化学实验室规则：

(1) 首次进入有机实验室前，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实验室的有关规定，熟悉实验室的灭火器材、急救药箱等急救工具的放置地点和使用方法。

(2) 每次做实验前，认真预习有关的实验内容及相关的参考资料。写好实验预习报告，方可进入实验室。没有达到预习要求者，不得进行实验。

(3) 每次实验，应先将实验装置安装好，经指导教师检查合格后，方可进行下一步操作。在实验中应熟悉每一步实验操作的目的、意义、实验的关键步骤及难点，了解所用药品的性质及实验中应注意的安全问题。

(4) 实验中遵从教师指导，严格按照操作规程操作，严格按照实验所规定的步骤、仪器及试剂规格和用量进行实验，如要改变，必须经指导教师同意。

(5) 实验中要认真操作、积极思考、仔细观察实验现象，如实做好实验记录。实验完成后，由指导教师登记实验结果，并将产品回收统一保管。课后应按时写出符合要求的实验报告。

(6) 实验过程中应遵守实验室纪律，不得大声喧哗，保持实验室安静，不得擅自离开实验室。在实验室不能穿拖鞋、背心等暴露过多的衣服，应穿实验服。实验室内严禁吸烟和吃东西，不能使用传呼机、手机等通讯工具。

(7) 在实验过程中保持实验室的环境卫生。爱护公共仪器和工具，并在指定地点使用，保持整洁。要节约水、电和药品。仪器损坏应及时填写报损单，及时更换。废液、废溶剂应倒在指定的容器中统一处理；固体废物应倒在垃圾桶内。

(8) 应经常保持实验室的整洁。暂时不用的仪器，应及时放回实验柜内。实验过程中应及时清洗实验用仪器，保持玻璃仪器的洁净。

(9) 实验结束后，将公用仪器、药品放回原处，并摆放整齐。将个人实验台面打扫干净，

玻璃仪器清洗、放好，关闭水、电开关，请指导教师检查后方可离开实验室。值日生及时打扫实验室，检查水、电开关是否关闭，并请指导教师检查后方可离开实验室。

1.2 有机化学实验室安全常识

在有机化学实验中，经常要使用易燃溶剂，如乙醚、乙醇、丙酮和苯等；还会用到易燃、易爆的气体 and 药品，如氢气、乙炔和金属有机试剂等；还经常使用有毒药品，如氰化钠、硝基苯和某些有机磷化合物等；还会接触有腐蚀性的药品，如氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等。这些药品若使用不当，就可能发生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外，在进行有机化学实验时，使用的仪器大部分为玻璃仪器，容易破损，引起割伤等事故。另外在使用电器设备时，若处理不当也容易发生事故。当然这些事故是可以预防的。只要实验者树立安全第一的思想，进行认真预习，了解所做实验中用到的药品和仪器性能、用途、可能出现的问题及预防措施，并严格执行操作规程，就能有效地维护人身安全和实验室的安全，确保实验顺利进行。

1.2.1 实验室的安全守则

- (1) 实验前做好预习，了解实验所用药品的性能和注意事项。
- (2) 实验开始前应检查实验所用仪器是否完好无损，实验装置安装是否正确、稳妥。蒸馏、回流和加热用仪器一定要和大气接通或与大气相连处外套一气球。
- (3) 实验进行时应该经常检查仪器有无漏气、破裂现象发生，随时观察化学反应进行得是否正常。
- (4) 易燃、易挥发药品不得放在敞口容器中加热。
- (5) 有可能发生危险的实验，在操作时应采取预防措施，如加置防护屏、戴防护眼镜等防护设备。
- (6) 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，应根据有关规定处理，以免污染环境，影响身体健康。
- (7) 实验结束后应及时洗手，严禁在实验室内吸烟、喝水或吃东西。
- (8) 应正确使用玻璃管（棒）和温度计。在将它们插入塞子中时，应先检查塞孔尺寸是否合适，然后将玻璃切口熔光，用布裹住并涂少许甘油等润滑剂再缓缓旋转而入。握玻璃管（棒）的手应尽量靠近塞子，以防玻璃管（棒）折断而割伤皮肤。
- (9) 要熟悉实验室的安全用具（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。安全用具及急救药品不准移作它用，或挪动存放位置。

1.2.2 实验室事故的预防、处理和急救

1.2.2.1 实验室常见事故的预防

(1) 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多是易燃的，着火是有机实验室中常见的事故之一。因此在使用易燃有机溶剂时应注意以下几方面：

- ① 使有机溶剂尽量远离火源，尽量不用明火加热。
- ② 不能用敞口容器加热和盛易燃、易挥发有机溶剂。

③ 在使用易燃、易挥发有机溶剂时,应保持室内通风,尽量防止或减少易燃气体的外逸。量取易燃溶剂时应在通风橱内进行,同时要远离火源。

④ 易燃、易挥发废液不得倒入废液缸或垃圾桶中,应作专门回收处理。

⑤ 不得在实验室内存放大量易燃、易挥发有机溶剂。

(2) 爆炸的预防

在有机化学实验室中,由于仪器的装配不当、仪器堵塞、减压蒸馏使用的仪器不当,违章使用易燃、易爆物质,违反操作规程等容易引起爆炸。因此为了防止爆炸事故,应注意以下几方面:

① 在进行常压蒸馏操作时,整个实验装置应有一定的部位通向大气,切勿造成密闭体系;应经常检查反应装置有无被堵塞,一旦发现堵塞,应立即停止加热或反应,及时排除堵塞后再继续加热或反应。

② 在减压蒸馏时,应用耐压的容器作接受器(如圆底烧瓶、吸滤瓶等),不能采用平底烧瓶或锥形瓶;应经常检查减压系统(如冷阱等),以免堵塞。

③ 无论是常压还是减压操作,均不能将蒸馏液体蒸干,以免产生局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

④ 使用易燃、易爆药品时(如氢气、乙炔和过氧化物等)以及遇水易燃烧爆炸的物质(如金属钠、钾等),应特别小心,应严格按照操作规程办事。

⑤ 对反应过程中反应过于猛烈的,应根据反应的特点适当控制加料速度、反应温度以及采取冷却措施,同时应注意观察。

⑥ 在开启易挥发液体的瓶塞时,应先充分冷却,然后再开启,同时瓶口应朝向无人处;对于难于开启的瓶塞,应注意瓶内物质的性质,千万不要用火加热或敲击瓶塞。

(3) 中毒的预防

有机化学药品大多具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而造成对人体的危害,因此在实验过程中应预防药品的中毒。

① 使用有毒药品时,应认真操作,妥善保管,不许乱放,做到用多少取多少。实验中使用的剧毒药品必须专人收发,必须遵守操作规程。实验后的有毒残渣,必须作妥善处理,不准乱丢。

② 使用或称量药品时应使用工具(镊子、药勺)或带橡胶手套,不得直接用手接触,尤其是剧毒品。实验结束后应先洗手后再吃东西,任何药品均不能用嘴品尝。

③ 在反应过程中对生成有毒或腐蚀性气体的实验,应在通风橱内进行或进行气体吸收。在使用通风橱时,当反应开始后,不要把头伸进通风橱内。

(4) 割伤的预防

有机化学实验中主要使用玻璃仪器,经常将玻璃管、温度计等与塞子连接,割伤也是有机化学实验中常见事故之一。

① 玻璃管或温度计与塞子连接时,其用力部位不要离塞子太远,要特别小心。图 1-1 (a)、(c)是正确的操作,图 1-1 (b)、(d)是不正确的操作。

② 新割断的玻璃管特别锋利,应先将断口处用火烧熔,使其成圆滑状再使用。

③ 玻璃仪器在安装时,应保持适当的位置,特别是标准磨口仪器,不应使玻璃仪器的任何部位有过度的应力。

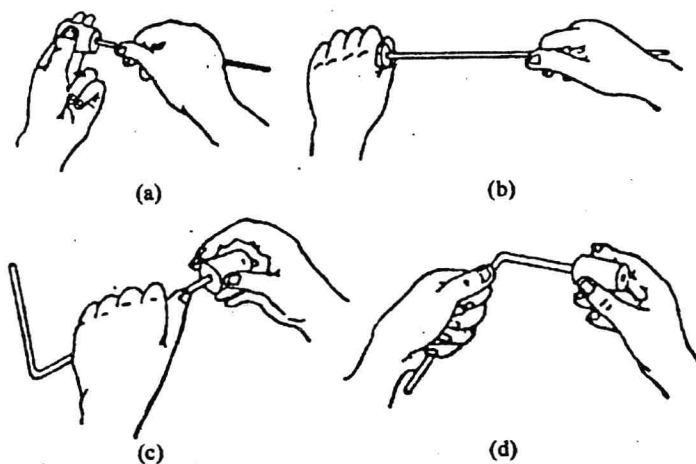


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

(5) 灼伤的预防

皮肤在接触了高温（如热的物体、火焰、热蒸气）、低温（如固体二氧化碳、液氮）以及腐蚀性物质（如烧碱、浓硫酸、液溴等）均会被灼伤。因此在试验过程中，要避免皮肤直接与上述物质接触，在使用强腐蚀性物质时，最好要戴上橡胶手套和防护眼镜。

(6) 用电安全

进入实验室后，应先了解水、电开关的位置及其使用方法。在使用电器设备时，应避免人体与电器导电部分直接接触；不能用湿手或手握湿物接触电源插头；为了防止触电，装置和设备外壳都应连接地线。实验结束后应先切断电源，然后再将电源的插头拔下。

1.2.2.2 实验室常见事故的预防处理和急救

(1) 火灾

实验过程中一旦发生火灾，应保持沉着镇静，不必惊慌失措，应采取有效措施，控制事故的扩大。首先切断电源，移开附近的易燃物质。少量溶剂（几毫升，周围无其它易燃物）着火，可任其烧完；锥形瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖灭。小火可用湿布或黄沙盖灭；火较大时，应根据易燃物质的性质和火势采取适当的方法。

常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫灭火器等。

二氧化碳灭火器，是有机实验室常用的一种灭火器。该灭火器钢筒内装有压缩的液态二氧化碳，适用于扑灭有机物、电器设备及贵重设备的着火。使用时应注意：一手提灭火器，一手应握在喷二氧化碳的喇叭筒把手上。由于喷出的二氧化碳使压力骤然降低，温度也骤降，因此，不要将手握在喇叭筒上，以免冻伤。

四氯化碳和泡沫灭火器，虽然也都有比较好的灭火性能，但由于存在一些问题（如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；泡沫灭火器喷出的大量的硫酸氢钠、氢氧化铝，污染严重，给后处理带来麻烦），因此，最好不用这两种灭火器。

无论采用何种灭火器，皆应从火的四周开始向中心灭火。

油浴和有机溶剂着火时，不能用水浇，因为用水浇会使火焰蔓延开来。

若衣服着火，切勿在实验室内奔跑，可用较厚的外衣包裹使其熄灭。较严重者应躺在地下（以防火焰烧向头部），用防火毡紧紧包住，直至火熄灭；或打开附近的自来水开关，用水冲淋熄灭。

(2) 割伤

若在实验过程中不慎割伤，应先取出伤口中的玻璃或固体物，用蒸馏水冲洗后涂上红药水，用绷带扎住或敷上创可贴药膏。较大的伤口则应先按紧主血管以防止大量出血，并送医院治疗。

(3) 灼伤

实验过程中发生灼伤，应根据不同的灼伤情况采取不同的措施。

① 被酸或碱灼伤：应首先用大量水冲洗，然后被酸灼伤用 3%~5% 碳酸氢钠溶液冲洗；被碱灼伤用 1%~2% 的硼酸溶液冲洗，然后再用水冲洗。严重者可要消毒灼伤面，并涂上软膏，送医院就医。

② 被溴灼伤：应立即用 2% 的硫代硫酸钠溶液冲洗伤处成白色，然后用甘油加以按摩。

③ 任何试剂溅入眼内都要先用大量的水冲洗，严重者可立即送医院治疗。

④ 被灼热的玻璃烫伤，应在患处涂上红花油，然后擦一些烫伤药膏。

(4) 中毒

有毒物质溅入口中尚未咽下者，应立即吐出，再用大量的水冲洗口腔；如有毒物质已被吞下，应根据毒物的性质给以解毒剂，并立即送往医院。

腐蚀性毒物中毒后的应急处理：对于强酸，应先饮用大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白；对于强碱，应先饮用大量水，然后服用醋、酸果汁或鸡蛋白。不论是酸或碱中毒，皆宜灌注牛奶，不要吃呕吐剂。

刺激性及神经性毒物中毒后的应急处理：先喝牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解，再用一大勺硫酸铜溶于水中催吐，或用手指深入喉部促使催吐，然后立即送医院。

吸入有毒气体中毒者，应将其移至室外，解开衣领和钮扣。吸入少量氯气或溴蒸气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。

1.2.3 实验室常用的急救药品

(1) 绷带、纱布、脱脂棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

(2) 凡士林、创可贴、红花油、烫伤药膏及消毒剂等。

(3) 醋酸溶液（2%）、硼酸溶液（1%）、碳酸氢钠溶液（1% 或饱和溶液）、医用酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

1.3 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、正确使用的方法和保养方法，是对每一个实验者最基本的要求。现将有机化学实验中比较常见的玻璃仪器、金属用具和其它一些主要仪器设备分别加以介绍。

1.3.1 有机化学实验常用玻璃仪器

玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差，但是价

格便宜，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，制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用，如烧瓶、烧杯、冷凝器等。

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、滴液漏斗等，见图 1-2。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝器、接收管等，具体形状见图 1-2。



图 1-2 普通有机实验室常用普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于口塞尺寸的标准化、系统化,磨口密合,凡属于同类规则的接口,均可任意互换,各部件能组装成各种配套仪器。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦,又能避免反应物或产物被塞子污染的危险。磨口塞与标准磨口相配合使密合性可达较高真空度,对蒸馏,尤其对减压蒸馏有利,对于毒物或挥发性液体的实验较为安全。

标准接口玻璃仪器,均按国际通用的技术标准制造,根据磨口口径分为 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50 等号。相同编号的子口与母口可直接连接。当不同编号的部件无法直接组装时,可使用变口接头使之连接起来。当使用 14/30 编号的仪器时,表明仪器的口径为 14 mm,磨口长度为 30 mm。学生使用的常规仪器一般是 19 号的磨口仪器。

使用化学玻璃仪器时,应注意以下几点:

- ① 使用玻璃仪器时要轻拿、轻放。
- ② 标准磨口应经常注意保持清洁,使用前应用软布擦拭干净,但不能附上棉絮。
- ③ 不能用明火直接加热(除试管以外)玻璃仪器,加热时应垫石棉网。
- ④ 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。
- ⑤ 玻璃仪器使用完毕后,应及时清洗干净,特别是标准磨口仪器放置时间太久,容器粘接在一起,很难拆开。如发生此情况,可用热水煮粘接处或用热风吹磨口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌轻轻敲打粘接处。玻璃仪器最好自然晾干。
- ⑥ 带旋塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口接触处夹放纸片或涂抹凡士林,以防粘接。
- ⑦ 标准磨口仪器磨口处要干净,不得粘有固体物质。清洗时,应避免用去污粉擦洗磨口;否则,会使磨口连接不紧密,甚至会损坏磨口。
- ⑧ 安装仪器时,应做到横平竖直,磨口连接处应不受歪斜的应力,否则仪器会在加热时破裂,甚至在放置时也会崩裂。
- ⑨ 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,则要涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而粘连在一起,无法拆开。当减压蒸馏时,应在磨口连接处涂真空脂,保证装置密封性好。
- ⑩ 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,因有汞或其它有机液体而不好处理。

1.3.2 有机化学实验常用装置

有机化学实验的装置常见的有气体吸收装置、搅拌密封装置、普通蒸馏装置、回流装置、回流滴加装置、机械搅拌装置等。

1.3.2.1 气体吸收装置

图 1-3 为气体吸收装置,用于吸收反应过程中生成的有刺激性和水溶性的气体(例如氯化氢、二氧化硫等),可作少量气体的吸收装置,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,又可防止水被倒吸至反应瓶中。

1.3.2.2 搅拌密封装置

在使用磨口仪器进行反应而密封要求又不高的情况下,可使用图 1-4 中的装置:左侧为简易密封装置;中间为另一种液封装置,可用惰性液体(如石蜡油)进行密封;右侧的装置采用配合的磨口与搅棒来密封,另外还有由聚四氟乙烯制成的搅拌密封塞,由上面的螺旋

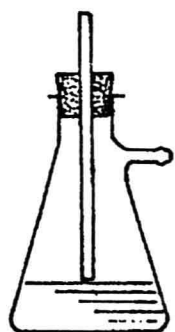


图 1-3 气体吸收装置

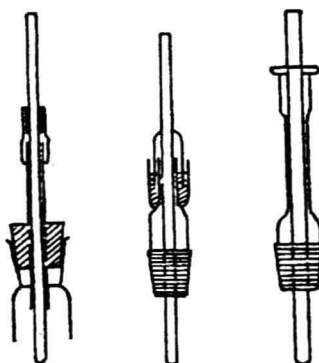
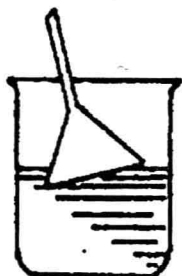
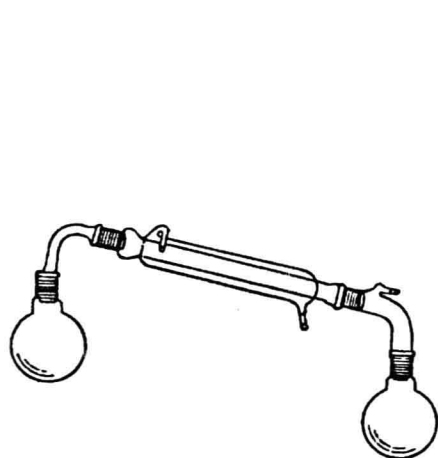
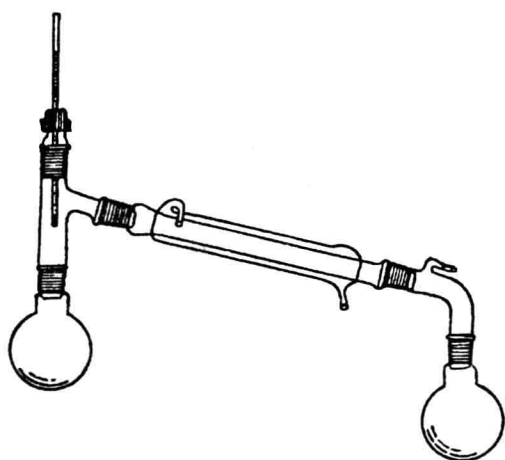


图 1-4 搅拌密封装置



(a)



(b)

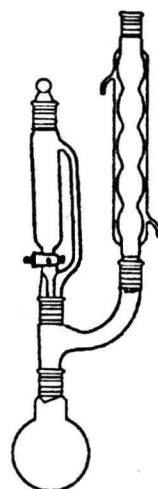
图 1-5 普通蒸馏装置



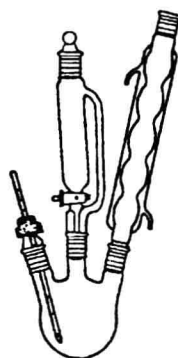
(a)



(b)



(c)



(d)

图 1-6 回流装置

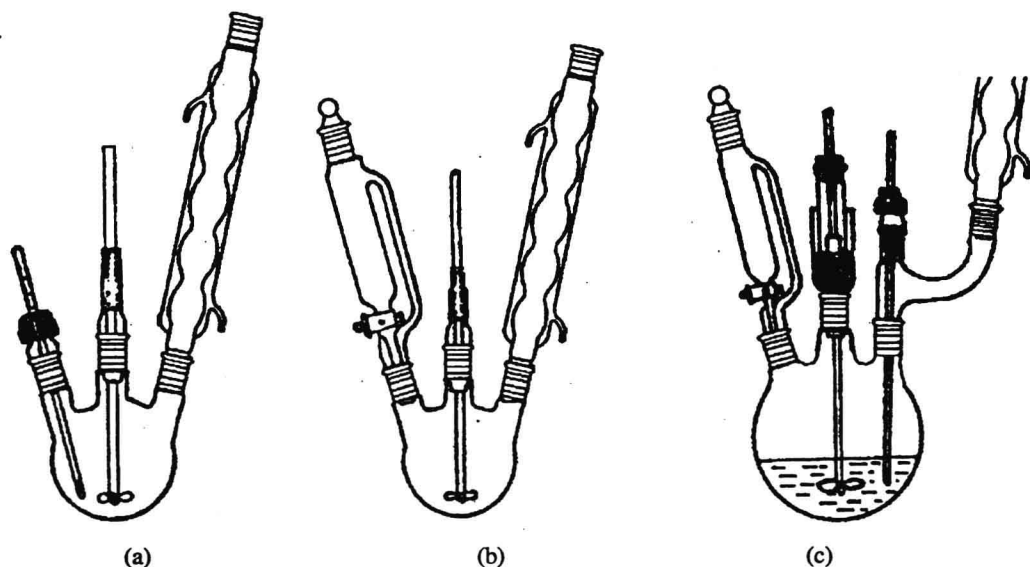


图 1-7 机械搅拌装置

盖、中间的硅橡胶密封垫圈和下面的标准口塞组成。使用时只需选用适当直径的搅棒插入标准口塞与垫圈孔中，在垫圈与搅棒接触处涂少许甘油润滑，旋上螺旋口至松紧合适，并把标准口塞紧在烧瓶上即可。

简易密封搅拌装置制作方法（以 100 mL 三颈瓶为例）：在 100 mL 三颈瓶的中口配置软木塞或胶塞，打孔（孔洞必须垂直且位于胶塞中央），插入长 6~7 cm、内径比搅棒略粗的玻璃管。取一段长约 2 cm、内壁必须与搅棒紧密接触、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棒。这样，固定在玻璃管上端的橡皮管因与搅棒紧密接触而达到了密封的效果。在搅棒和橡皮管之间滴入少量甘油，对搅拌可起润滑和密闭作用，搅棒的上端用橡皮管与固定在搅拌器上的一短玻璃棒连接，下端接近三颈瓶底部，离瓶底适当距离，不可相碰。且在搅拌时要避免搅棒与塞中的玻璃管相碰。这种简易密封装置一般在减压（1.33~1.6 kPa）时也可使用。

搅拌机的轴头和搅拌棒之间还通过两节真空橡皮管和一段玻璃棒连接，这样可使搅拌器导管不易磨损或折断。

搅拌所用的搅拌棒通常由玻璃棒制成，式样很多，可分别用于不同的场合，以满足不同的实验要求。此外，目前已有市售的聚四氟乙烯搅拌棒，可方便地用于各种化学反应。

1.3.2.3 蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体和除去有机溶剂的常用方法。图 1-5 是两种常用的蒸馏装置。图 1-5 (b) 是最常用的蒸馏装置。由于这种装置出口处与大气相通，可能逸出馏液蒸气，在蒸馏易挥发的低沸点液体时，需将接液管的支管连上橡皮管，通向水槽或室外；将支管口接上干燥管，可用作防潮的蒸馏。当蒸馏沸点在 140 °C 以上的液体时，应当使