

全国医药院校教材
QUANGUO YIYAO YUANXIAO JIAOCAI

基础有机化学实验

JICHU YOUJI HUAXUE SHIYAN

主 编 陈 琳

中国医药科技出版社

全国医药院校教材

基础有机化学实验

主 编 陈 琳

副主编 李敏谊 申东升 张精安

编 者 (以姓氏笔画为序)

申东升 刘天穗 关 丽

李敏谊 吴爱平 陈 琳

张精安 曾桂萍 谢 扬

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书根据无毒化、绿色化和实用化的原则,以培养学生的实验能力为目标,在加强基本操作和技能,提高学生实践能力的同时,兼顾综合性实验,以利于学生综合素质及创新能力的培养。本书选编绿色环保、知识性、应用性、趣味性强的基础有机化学实验 35 个,每个实验包括实验目的、实验原理、仪器装置、实验操作、实验预习、安全与操作指引、思考与讨论几部分。本书供高等医药院校五年制医学、预防、护理、检验等专业学生使用,也可供生命科学、生物制药及食品科学与工程等专业及其他相关专业的学生使用。

图书在版编目(CIP)数据

基础有机化学实验/陈琳主编. —北京:中国医药科技出版社, 2009. 2

全国医药院校教材

ISBN 978 - 7 - 5067 - 4085 - 2

I. 基… II. 陈… III. 有机化学 - 化学实验 - 医学院校 - 教材 IV. O62 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 012914 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100082

电话 发行: 010 - 62227427 邮购: 010 - 62236938

网址 • www.cspyp.cn

规格 787 × 1092mm $\frac{1}{16}$

印张 8 $\frac{3}{4}$

字数 173 千字

印数 1 - 5000

版次 2009 年 2 月第 1 版

印次 2009 年 2 月第 1 次印刷

印刷 北京市松源印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5067 - 4085 - 2

定价 15.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

前 言

为了适应医药工业的日益发展及新增专业的需要,根据 21 世纪我国高等教育培养目标的要求,我们依据参编院校历年的教学实践经验,并在参考国内外有关实验教材的基础上编写了本教材。编写的指导思想是厚基础,宽专业,适应性广,体现出注重基础性,突出现代性、综合性,加强应用性、趣味性的特点。

全书分七个部分:1 有机化学实验基础知识和 2 有机化学实验基本操作和实验技术占据了较大篇幅,这些基础内容的学习对于初次接触有机化学实验的学生来说是极为必要的。3 有机化合物的制备,为基础合成实验,旨在加强基本操作技能的培养。4 天然有机化合物的提取和分离为综合性应用实验,5 未知有机物的分析及鉴别可作为设计性考核实验使用,这两部分实验可以从多个层次对学生进行训练,促使学生用课堂上所学的理论知识,来分析解决实验过程中出现的问题,有利于学生综合能力的培养。6 有机化合物的性质实验为验证性实验,篇幅较少。为了拓宽知识、开阔视野、反映前沿,本书 7 有机化学实验创新技术及方法简介,可作为开放性选做实验,有利于培养学生科学的思维方法,分析问题、解决问题的能力 and 创新意识。

在实验内容的选择上根据无毒化、绿色化和实用化的原则,注重环保和绿色化学的发展理念,并针对生命科学和医学学科的特点,侧重于选编一些能增加实验的知识性和趣味性的内容,例如,药物合成以及生物大分子的分离、提取及鉴定等。在每个实验的编排方式和栏目设置方面,贯彻学以致用原则,通过不断的、逐步的引导,培养学生养成良好的实验习惯和科学的实验态度,加强对学生科研能力和素质的培养及锻炼,为从事有机化学研究或相关工作打下扎实的基础。

实验教材是集体教学经验的总结,本教材在编写过程中得到了编者所在的有机化学教研室全体教师的鼓励和支持,亦提出许多宝贵建议,在此表示衷心感谢。

限于编者的水平,书中错误和不足之处在所难免,恳请专家和读者批评指正。

编 者

2008 年 12 月于广州

目 录

1 有机化学实验基础知识	(1)
1.1 有机化学实验室规则	(1)
1.2 有机化学实验室安全知识	(1)
1.2.1 有机化学实验室安全守则	(1)
1.2.2 有机化学实验室一般事故的预防及处理	(2)
1.3 有机化学实验常用玻璃仪器和设备	(4)
1.3.1 玻璃仪器	(4)
1.3.2 其他常用设备	(7)
1.3.3 常用玻璃仪器的洗涤、干燥和保养	(7)
1.4 有机化学实验常用技术	(9)
1.4.1 加热	(9)
1.4.2 回流	(9)
1.4.3 搅拌	(10)
1.4.4 干燥	(11)
1.4.5 减压过滤	(14)
1.5 有机化学实验常用参考文献简介	(15)
1.5.1 有机化学常用工具书	(15)
1.5.2 有机化学实验参考书	(17)
1.5.3 网络资源	(17)
1.6 实验预习、记录、实验报告及产率计算	(18)
1.6.1 实验预习	(18)
1.6.2 实验记录	(18)
1.6.3 实验报告	(19)
1.6.4 实验产率的计算	(20)
2 有机化学实验基本操作和实验技术	(25)
2.1 塞子钻孔和简单玻璃加工技术	(25)
实验 1 塞子钻孔和简单玻璃工操作	(25)
2.2 液体有机化合物的分离与纯化	(29)
实验 2 常压蒸馏和沸点的测定	(29)
实验 3 水蒸气蒸馏	(32)
实验 4 减压蒸馏	(34)
2.3 萃取和洗涤	(38)

实验 5 液-液萃取	(38)
2.4 固体有机化合物的分离提纯	(40)
实验 6 重结晶	(40)
2.5 色谱分离技术	(44)
实验 7 氨基酸的纸色谱	(44)
实验 8 染料混合物的氧化铝吸附柱色谱	(46)
2.6 有机化合物的物理常数测定	(48)
实验 9 熔点测定	(48)
实验 10 旋光度的测定	(50)
实验 11 液态有机化合物折射率的测定	(53)
3 有机化合物的制备	(56)
实验 12 1-溴丁烷的制备	(56)
实验 13 正丁醚的制备	(58)
实验 14 环己酮的制备	(60)
实验 15 己二酸的制备	(62)
实验 16 乙酸乙酯的制备	(64)
实验 17 阿司匹林的制备	(66)
实验 18 对位红的制备及棉布染色	(68)
4 天然有机化合物的提取和分离	(71)
实验 19 从茶叶中分离咖啡因	(71)
实验 20 从奶粉中分离酪蛋白、乳糖和脂肪	(72)
实验 21 从橙皮中提取柠檬烯	(74)
实验 22 用菠菜制取胡萝卜素	(75)
实验 23 混合氨基酸的制备与胱氨酸的分离纯化	(77)
5 未知有机物的分析及鉴别	(79)
实验 24 有机化合物元素定性分析	(80)
实验 25 未知有机物的鉴定	(84)
6 有机化合物的性质实验	(87)
实验 26 烃的化学性质	(87)
实验 27 醇、酚、醚的化学性质	(90)
实验 28 醛和酮的化学性质	(92)
实验 29 羧酸的化学性质	(94)
实验 30 羧酸衍生物和取代羧酸的化学性质	(96)
实验 31 糖类的化学性质	(97)
实验 32 胺和尿素的化学性质	(99)

实验 33 氨基酸及蛋白质的化学性质	(102)
7 有机化学实验创新技术及方法简介	(105)
7.1 有机物的微波化学	(105)
7.1.1 微波加热的原理	(105)
7.1.2 微波加热的优点	(106)
实验 34 微波辐射合成肉桂酸	(106)
7.2 有机物的超声化学反应	(107)
7.2.1 超声化学反应的本质	(107)
7.2.2 超声波辐射合成的特点	(108)
7.2.3 实验室常用超声仪器	(108)
7.3 相转移催化技术	(108)
7.3.1 相转移催化的基本原理	(108)
7.3.2 相转移催化剂的主要类型	(109)
实验 35 相转移催化卡宾反应制备苦杏仁酸	(109)
7.4 有机物的电化学反应	(111)
7.4.1 有机电化学发展历程	(111)
7.4.2 电化学研究的主要内容	(112)
7.5 仿生合成与酶的催化和利用	(112)
7.5.1 酶的特性	(113)
7.5.2 酶的研究和利用	(113)
附录	(115)
附录 1 常用元素的相对原子质量表	(115)
附录 2 常用酸碱溶液的质量百分数及相对密度	(115)
附录 3 水的饱和蒸气压	(119)
附录 4 特殊试剂的配制	(119)
附录 5 关于毒性危险性化学药品的知识	(121)
附录 6 常见有机化合物的物理常数	(125)
参考文献	(129)

1 有机化学实验基础知识

1.1 有机化学实验室规则

为保证有机化学实验的正常进行,培养严谨的工作作风和良好的实验习惯,学生应遵守以下规则。

(1) 实验前认真预习有关实验内容,了解实验目的、基本原理、所需原料、试剂、仪器和装置,明确每一步操作的目的、意义与相关的操作技术,特别是实验过程中的关键步骤、应注意的事项及安全措施,写出预习报告。

(2) 进入实验室要严格遵守各项规定。衣着整洁,保持安静。严禁吸烟、进餐和吃零食。

(3) 实验时,精神要集中,操作要认真,思考要积极,观察要细致,记录要真实。不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。

(4) 遵从教师的指导,严格按照实验指导用书所规定的操作步骤、试剂的规格和用量进行实验。如要改变,须征求教师同意。

(5) 公用仪器、原料、试剂和工具应在指定地点使用,用后立即放回原处。仪器破损应及时报告教师,办理登记补领手续,并按规定赔偿。

(6) 保持实验室的整洁,合理布局实验台面上的仪器装置。固体废物一律倒入垃圾盆,不能丢在水槽内,以免堵塞下水道,废酸、废碱倒入指定的容器中。

(7) 实验完毕后须将所用仪器洗净并放置整齐,并将实验原始记录交教师签字后方可离开。

(8) 轮流值日。值日生应整理公用器材、药品,清理桌面,倒净废物缸,搞好环境卫生,并关好水、电、门、窗,经教师检查合格后方可离开。

1.2 有机化学实验室安全知识

有机化学实验所用的原料、试剂等多数是有毒、易燃易爆、有腐蚀性的,如粗心大意或使用不当,易发生事故。然而,这些危险却是可以预防和避免的,只要实验者集中注意力,严格执行操作规程,加强安全措施,就一定能够有效维护实验室的安全,使实验正常地进行。因此,重视安全,熟悉一般的安全常识并切实遵守安全守则,是有机化学实验中的重要问题。

请于开始实验前仔细阅读本书第一部分的内容,并牢记实验室安全知识。

1.2.1 有机化学实验室安全守则

(1) 熟悉实验室及周围环境,熟悉实验室水、电开关及安全用具如灭火器材、砂箱的放置地点和使用方法。

(2) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥,征得教师同意后,

才能开始实验。

(3) 实验进行中不得无故离开,要经常注意反应进行情况和装置有无漏气,破裂等现象。

(4) 嗅气体时,用手将逸出的气体挥向鼻孔,不要直接用鼻子凑近容器去嗅。

(5) 使用电器时,不能用湿手接触电插头,移动电器时,应先拔下电插头,不可带电操作。

(6) 实验结束后应仔细洗手。

1.2.2 有机化学实验室一般事故的预防及处理

1.2.2.1 火灾的预防及处理

着火是有机化学实验室常见的事故。预防着火的基本原则如下:

(1) 操作低沸点易燃溶剂时应远离火源,切勿将易燃溶剂放在广口容器如烧杯内直火加热,须在水浴中进行。操作大量可燃性液体时,要在通风橱中或指定地点进行。

(2) 蒸馏或回流易燃有机物时,严禁直火加热,装置不能漏气,否则,应立即停止加热,检查原因,待冷却后方能拆换。

(3) 用剩的金属钠放入回收瓶,不要扔到废物盆和下水槽中。

(4) 不得把燃着的或带有火星的废弃物丢入废物缸中。否则,易发生危险事故。

实验室一旦发生火灾,应保持沉着镇静,及时采取措施控制事故扩大。首先应熄灭附近所有火源(如酒精灯),切断电源,移开易燃物,并根据情况作出如下处理:

(1) 地面或桌面着火,火势不大时,可用湿布来灭火。

(2) 反应瓶内有机物着火,用石棉板盖住瓶口。

(3) 油类着火,要用沙或灭火器灭火。

(4) 电器着火,应切断电源,用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

(5) 衣服着火,切勿奔跑,立即在地上滚动或用毛毯裹住隔绝空气而使火熄灭。

水在大多数情况下不能用来扑灭有机溶剂着的火,因有机溶剂比水轻,会漂浮在水面燃烧,并随水漂流而使火势蔓延。

1.2.2.2 爆炸的预防及处理

有机物除易燃之外也易爆炸。因此,防爆是有机化学实验室又一重要任务。一般的预防措施如下:

(1) 实验室中的氢气、氧气、乙烯、乙炔等钢瓶,应与明火保持 10 米以上的距离,存放位置要远离热源,避免暴晒和强烈震动。

(2) 开启贮有挥发性液体的瓶塞和安瓿时,必须先充分冷却瓶身后进行,开启时瓶口指向无人处,以免因液体喷溅而遭至伤害。如瓶塞不易开启时,须注意瓶内贮物的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

(3) 进行常压蒸馏和回流操作时,装置要与大气相通,系统不能封闭。

(4) 反应时,经常检查装置的各部分有无堵塞现象。反应过于猛烈时,要根据不同情况采取冷却和控制加料速度等措施。

(5) 蒸馏醚类化合物时,应先检查有无过氧化物,如有,要加入还原剂如硫酸亚铁予以除去。

(6) 使用易燃易爆物品时, 应严格按操作规程进行。

如发生爆炸事故, 室内人员应积极采取有效措施, 防止事态扩大。如迅速切断电源, 将易燃易爆物品移至安全的地方。如爆炸后起火, 应把灭火器喷出口对准火焰底部并从火的四周开始向中心进行扑救。

1.2.2.3 中毒的预防及处理

化学药品大多具有不同程度的毒性, 如果皮肤或呼吸道不慎接触了有毒药品就会对人体产生危害。因此在不了解某一化合物性质之前, 处理时都应把它当作有毒物质对待。防止中毒, 应切实做到以下几点:

(1) 剧毒药品应妥善保管, 实验中用到的剧毒物应有专人负责收发, 并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣要作妥善而有效的处理, 不得随意丢弃。

(2) 实验过程中, 使用有毒试剂或有毒气产生时, 应在通风橱中进行, 有时也可用气体吸收装置除去毒气。

(3) 一些有毒物质会渗入皮肤, 使用时要戴橡皮手套, 操作后应立即洗手。勿让有毒物沾及五官或伤口。沾染过有毒物质的仪器和用具, 用毕后应立即清洗处理。

(4) 温度计水银球中的金属汞有毒, 应小心使用避免打破。如不慎打碎, 应尽可能将散落的金属汞聚拢在一起回收并用水封好。对无法回收的汞微粒, 应用硫黄粉覆盖, 待吸收后清除。

万一发生中毒, 如吸入有毒气体, 出现头晕、恶心等症状, 应立即到有新鲜空气的地方休息, 并根据具体中毒情况作妥善处理:

(1) 溅入口中的毒物应立即吐出来, 并用大量水冲洗口腔。

(2) 若误服腐蚀性毒物, 如强酸, 应先饮大量的水, 再服鸡蛋白或牛奶; 对于强碱, 也要先饮大量的水, 然后服用醋、鸡蛋白或牛奶, 不要吃催吐剂。

(3) 如不慎吞入刺激性或神经性毒物, 先服牛奶或鸡蛋白, 再服硫酸铜溶液催吐, 有时也可将手指伸入喉部催吐, 并立即送医院急救。

(4) 吸入有毒气体时, 应将中毒者移至室外, 解开衣领及钮扣。吸入少量氯气或溴蒸气者, 可用碳酸氢钠溶液漱口。

1.2.2.4 药品灼伤的预防及处理

使用有腐蚀性的化学药品或者一些性质不明的物品时, 最好戴上橡胶手套和防护眼镜以防灼伤。大量取用腐蚀性液体时, 应将试剂瓶标签向着操作者的右手虎口, 以防挂壁而下的液体腐蚀标签并伤及皮肤。

如不慎被药品灼伤, 应立即用大量的水冲洗, 然后根据具体情况作出处理。

(1) 酸灼伤, 用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤, 最后再用水洗, 并涂上烫伤膏。眼睛灼伤可立即用生理盐水清洗, 或将干净橡皮管接上水龙头用细水对准眼睛冲洗, 之后, 再用 1% 碳酸氢钠溶液洗涤。

(2) 碱灼伤, 用硼酸溶液或 1% 醋酸溶液洗涤。眼睛灼伤, 水洗后, 用 1% 硼酸溶液洗涤。

(3) 溴灼伤, 用酒精擦洗至无溴液存在为止, 之后涂上甘油。

1.2.2.5 玻璃割伤的预防及处理

玻璃割伤也是实验室常见的事故, 玻璃仪器使用不当, 造成破损, 碎片易割伤皮肤,

所以使用时要小心，做到轻拿轻放。

万一割伤，先用消毒过的镊子取出玻璃碎屑。一般伤口，挤出污血，消毒后，涂上碘酒或红药水，再用消毒纱布包扎好，若为大伤口，则立即用绷带扎紧伤口上部约 10 厘米处，防止大量出血，立即送往医院。

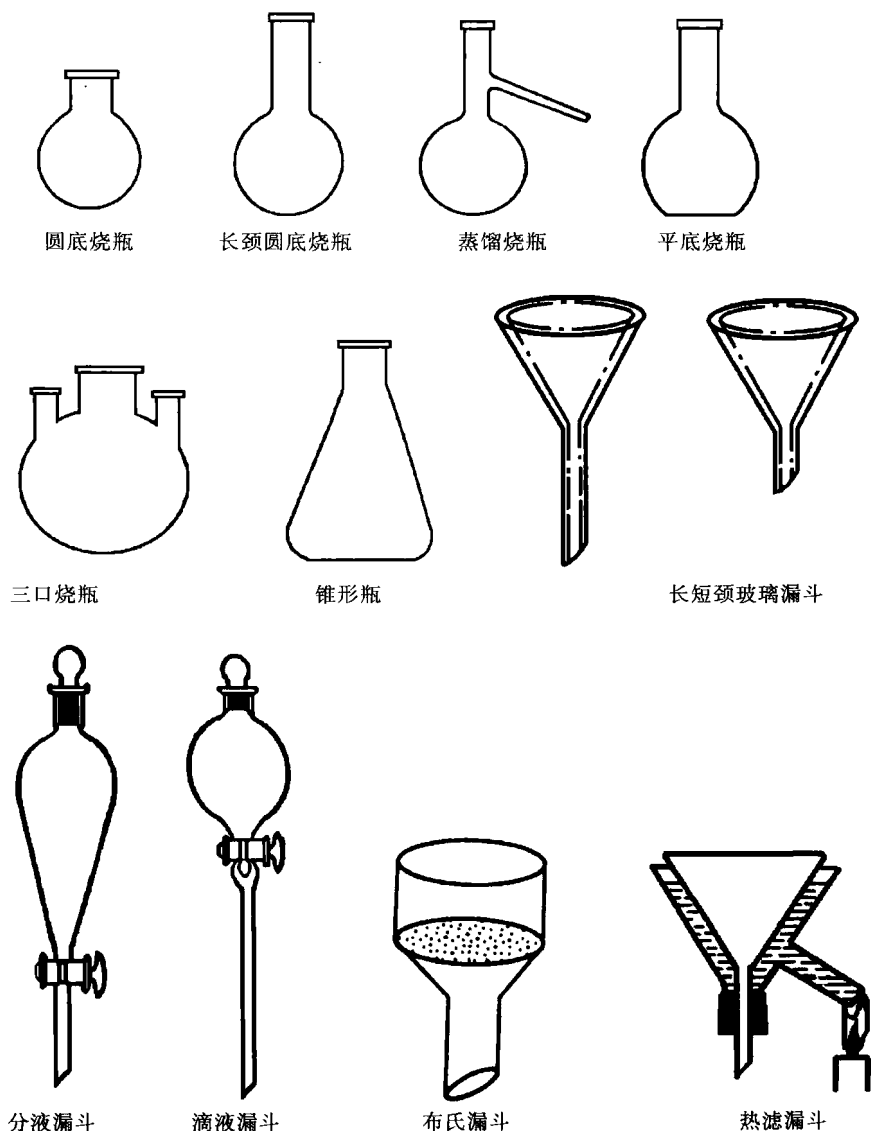
1.3 有机化学实验常用玻璃仪器和设备

1.3.1 玻璃仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两类。

1.3.1.1 普通玻璃仪器

有机化学实验常用的普通玻璃仪器见图 1.1。



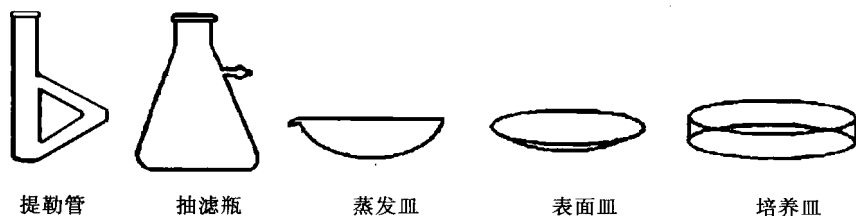
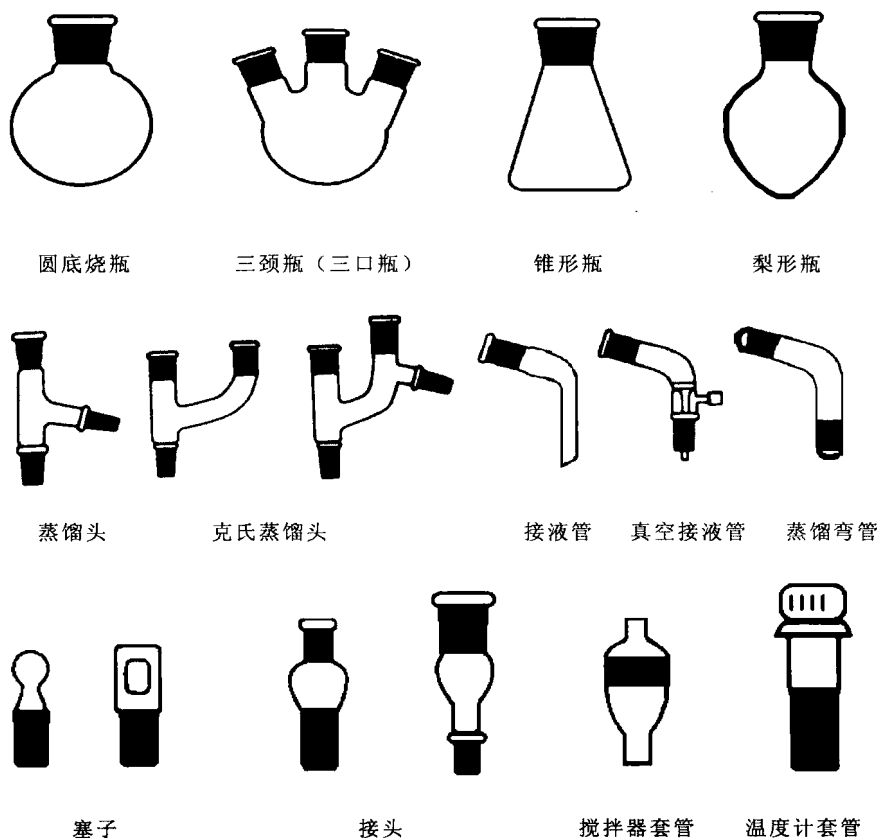


图 1.1 普通玻璃仪器

1.3.1.2 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，特点是标准化、通用化和系统化。

标准磨口玻璃仪器均按国际通用技术标准制造。因仪器容量大小及用途不一，通常标准磨口有 10 口、14 口、19 口、24 口、29 口等。数字表示磨口最大端直径的毫米整数。同类规格的磨口仪器可相互紧密连接，任意互换。不同类型规格的磨口仪器可使用变径接头使之连接起来。标准磨口仪器既可免去选配塞子的麻烦，又能避免反应物或产物被塞子沾污，磨口与磨塞密合性好，是有机化学实验及科研的首选仪器。常用的标准磨口玻璃仪器如图 1.2 所示：



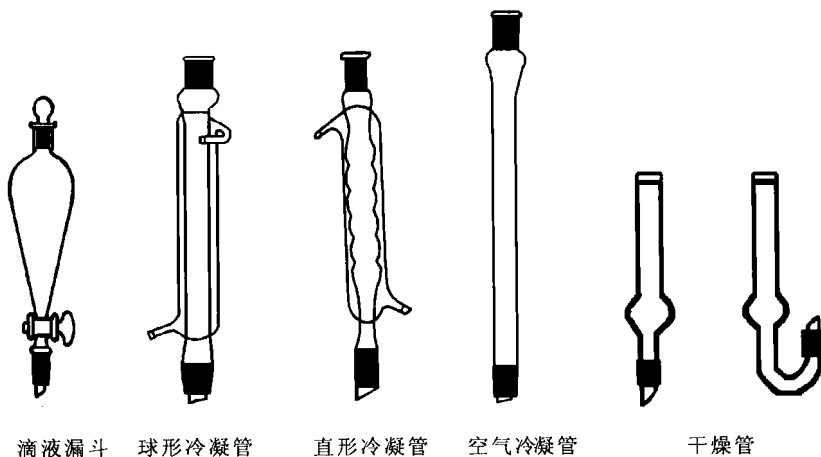


图 1.2 常用标准磨口玻璃仪器

各类仪器的用途分述如下：

(1) 烧瓶 在实验中主要用来盛装和加热液体的一类仪器。根据用途不同有如下几种：

平底烧瓶：用于配制和贮存溶液，但不可用于减压实验。

圆底烧瓶：能耐受溶液沸腾后所产生的冲击震动。短颈圆底烧瓶，瓶口结构坚实，在实验中最常用作反应容器。长颈圆底烧瓶通常在水蒸气蒸馏实验中使用。

锥形瓶：用于贮存液体，混合溶液及少量溶液的加热。常作为常压蒸馏实验的接收器，但不能用于减压蒸馏。

三颈瓶：在多种操作同时进行的合成实验中，常作为反应容器，如同时进行搅拌、回流及控温或分批滴加原料的实验。

(2) 冷凝管 在蒸馏操作中用来冷凝蒸气的一类仪器。主要分为以下几种：

直形冷凝管：蒸馏物质的沸点在 140°C 之下时，可在套管内通水使用。超过 140°C 不可使用。

空气冷凝管：当蒸馏物质的沸点高于 140°C 时，常用它代替直形冷凝管使用。

球形冷凝管：内管的冷却面积较大，有较好的冷凝效果，适用于加热回流操作。

(3) 漏斗 用于分离、纯化产品或滴加原料的一类仪器。常用的有：

玻璃漏斗：在过滤操作中用于分离固体和液体。短颈玻璃漏斗，可加快过滤速度，防止结晶堵塞漏斗口，在重结晶操作时与热水漏斗配套使用。

分液漏斗：用于液体的萃取、洗涤和分离，有时也可用于原料的添加。

滴液漏斗：主要用于原料的滴加，可以控制滴加速度。

热滤漏斗：用于需要保温的过滤，是重结晶操作时的常用仪器。

布氏漏斗：是瓷质的多孔板漏斗，在减压过滤时使用。可加快过滤速度。

(4) 其他仪器

接液管：常用于蒸馏操作中，接收馏出液。真空接液管，蒸馏易燃易爆液体（如乙醚）时，代替接液管。

抽滤瓶：和布氏漏斗配套用于减压过滤操作。不可加热。
干燥管：在绝对无水的实验中，可防止水分进入反应体系。
表面皿：主要用于盛装固体物质，不可加热。

1.3.2 其他常用设备

电热套：由玻璃纤维包裹着电热丝织成碗状半圆形加热器，与调压器连接后可控温，具有使用方便，无明火，安全性好、热效率高的特点。电热套的容积一般与烧瓶的容积匹配，从 50ml 起，各种规格都有。主要用做回流加热的热源。

电动搅拌器：一般在非均相反应中作搅拌用。功率连续可调，适用范围较广。

磁力搅拌器：由一个以塑料密封的软铁（搅拌子）和一个可旋转的磁铁组成。将搅拌子投入盛有反应物的反应器中，再将反应器置于内有旋转磁场的搅拌器托盘上，通电后，内部磁场不断旋转变换，搅拌子亦随之旋转，从而达到搅拌的目的。磁力搅拌器噪声小，搅拌平稳，一般有控制转速和加热的装置，使用方便，但不适用于过于黏稠的反应体系。

烘箱：实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱。主要用来干燥玻璃仪器或烘干热稳定性较好、无腐蚀性的药品。使用时注意温度的调节与控制。挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮等淋洗过的玻璃仪器切勿放入箱内，以免发生爆炸。

循环水多用真空泵：循环水多用真空泵是以循环水作为流体，利用射流产生负压的原理而设计的一种新型多用真空泵、广泛用在蒸发、蒸馏、结晶、过滤、减压、升华等操作过程中。由于避免了直排水，节水效果显著，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。

1.3.3 常用玻璃仪器的洗涤、干燥和保养

1.3.3.1 常用玻璃仪器的洗涤

在进行实验时，为避免杂质混入反应体系中，必须使用清洁的玻璃仪器。

为使清洗工作简便有效，最好在每次实验结束后，立即清洗用过的仪器，由于了解残渣的成因和性质，便于找出残渣的处理方法。例如，碱性残渣和酸性残渣分别用酸和碱液处理，或已知残渣溶解于某种常用有机溶剂中，可用适量的该溶剂处理。但残渣放置过久，会给清洗带来很多困难。所以应养成仪器用毕即洗净的习惯。

玻璃仪器的洗涤一般是用毛刷与去污粉刷洗仪器的内外壁，直至污物除去，再用自来水清洗。当仪器倒置，器壁不挂水珠时，即已洗净，可供一般实验使用。对于难以清洗的仪器，可用铬酸洗液或根据污物性质选用不同的洗涤剂来清洗。

1.3.3.2 常用玻璃仪器的干燥

实验中使用的玻璃仪器干燥与否有时甚至是实验成败的关键。常用玻璃仪器干燥的方法有以下几种：

(1) 晾干 玻璃仪器洗净后，可倒置在晾干架上自然晾干。采用晾干法应尽量于实验前使仪器干燥。

(2) 在烘箱中烘干 洗净的玻璃仪器先沥干水再从上到下依次放入烘箱，仪器口向上，带有磨口玻璃塞的仪器，必须取出活塞后才能烘干。烘箱内温度一般控制在 100 ~

120℃, 约半小时, 待烘箱内的温度降至室温时才能取出, 否则水气会在器壁上凝聚。烘箱已工作时, 不能往上层放入湿仪器, 以免水滴落下, 导致热器皿因骤冷而破裂。切勿让烘热的仪器骤然碰到冷水或冷的金属表面, 以防炸裂。厚壁仪器如吸滤瓶, 不宜在烘箱中烘干。

(3) 用有机溶剂干燥 体积小的仪器急需干燥时, 可采用此法。洗净的仪器沥干水后, 用少量的乙醇或丙酮荡洗1~2次, 再用电风吹入冷风1~2min, 待大部分溶剂挥发后, 换用热风吹干, 最后再吹入冷风使仪器冷却, 即可使用。

1.3.3.3 常用玻璃仪器的保养

有机化学实验用的各种玻璃仪器性能是不同的, 为了正确使用, 避免不必要的损失, 就必须掌握它们的性能、洗涤、干燥和保养方法。对标准磨口玻璃仪器来说, 使用时应注意以下几点:

(1) 磨口处必须洁净, 否则会导致接口处漏气, 同时会损坏磨口。

(2) 一般使用时磨口无需涂润滑剂, 以免沾污反应物或产物, 若反应物中有强碱, 要涂润滑剂, 否则磨口连接处会因碱腐蚀而粘牢, 无法拆开。

(3) 安装连接时要轻微对旋, 不要用力过猛。磨口连接处要呈一直线, 不受应力, 否则仪器易折断。

(4) 标准磨口玻璃仪器用后要立即拆卸、洗净, 否则, 长期放置后磨口连接处会粘牢, 无法拆开。

(5) 万一有标准磨口玻璃仪器粘连, 可用乙醚或丙酮浸润后慢慢旋转拆开, 也可放入水中加热或浸泡粘结处一段时间, 再用木棍轻轻敲打, 一般都能拆开。

其他常用的玻璃仪器使用时应注意:

(1) 温度计 温度计水银球部位的玻璃很薄, 易打破, 使用时应格外小心, 不可将温度计当搅拌棒使用, 也不能测定超过温度计最高刻度的温度。温度计用后要慢慢冷却, 特别在测量高温之后, 切不可立即用冷水冲洗, 以免破裂或汞柱断线。

(2) 分液漏斗、滴液漏斗及其他具塞玻璃仪器 用毕洗净后, 在塞子和磨口间垫上小纸片, 以免日久难以打开。分液漏斗和滴液漏斗的活塞和盖子若非原配, 就可能因不严密而滴漏, 因此, 使用时要注意保护好, 各个漏斗之间也不能互换塞子。

(3) 接液管 位于装置的尾部, 极易碰落, 安装和拆卸时要特别小心, 可用一细线系于冷凝管上, 以免掉落而损坏。

1.3.3.4 常用玻璃仪器的装配

常用玻璃仪器装配得正确与否, 对实验的成败有很大影响。首先, 在装配玻璃仪器时, 要选用干净而恰当的玻璃仪器和配件, 否则, 会影响产物的产量和质量。

装配玻璃仪器时, 按照先下后上, 从左到右的顺序逐个进行安装。拆卸时, 按相反顺序拆除。

玻璃仪器用铁夹牢固地固定在铁架台上, 铁夹不宜夹得太紧或太松, 以能用手轻轻转动又不至于掉落为宜。铁夹的双钳应有衬垫, 以免直接接触玻璃仪器, 而将仪器夹破。

玻璃仪器装配要做到严密、正确、整齐和稳妥, 不受应力, 否则仪器易折断, 尤其在受热时, 应力更大。

在常压下进行反应的装置, 要与大气连通。不能形成封闭体系, 但各接头处应紧密吻合。

1.4 有机化学实验常用技术

1.4.1 加热

在有机化学实验中，为了增加反应速度，常需要在加热下进行反应。许多基本操作（如重结晶、蒸馏等）也都要用到加热。所以，加热是有机化学实验最常用的操作之一。掌握并正确选用加热方法，对于顺利完成有机化学实验是十分重要的。

加热用的热源有煤气灯、酒精灯、电炉、电热套等。在有机化学实验中，除了某些试管反应和熔点测定实验时要用小火直接加热玻璃仪器外，一般不用直接加热法，且禁止用明火直接加热易燃溶剂或反应物。

为保证加热均匀、安全，一般使用热浴进行间接加热，用作传热介质的物质有空气、水、有机液体、细沙等。热源的选择根据加热温度、升温速度和操作规程决定。经常选用的加热方法有以下几种：

(1) 空气浴 以空气为传热介质进行间接加热，沸点在 80℃ 以上的液体均可采用。实验室中常用的有石棉网上加热和电热套加热。

玻璃仪器在石棉网上用电炉加热，是最简单的一种空气浴。缺点是仪器易因受热不均而破裂，被加热的部分物料也可能由于局部过热而分解。所以，不能用于低沸点易燃液体或减压蒸馏的加热操作。

电热套是一种较好的空气浴，一般可加热至 400℃，主要用于回流加热。缺点是一种规格的电热套只适用于一定容积的烧瓶，常需配备几种尺寸的电热套。

(2) 水浴 以水作传热介质，将被加热容器浸入盛水的水浴锅或烧杯中，勿使容器触底，水的液面高于容器内液面，适用于加热温度不超过 100℃ 的有机反应或后处理加热。

(3) 油浴 油作传热介质。所用的油有甘油、植物油和石蜡油等。油浴所能达到的温度取决于所用油的种类。适用于加热温度在 100 ~ 250℃ 之间的加热操作，其优点是温度容易控制在一定范围内，被加热物受热均匀。但使用油浴时应注意安全，防止着火，当发现油浴严重冒烟，应立即停止加热。此外，使用时还要防止将水溅入油中，否则会产生泡沫或爆溅。油浴加热完毕后，将烧瓶悬夹在油浴锅上方，待无油滴滴下时，再用废纸擦净瓶壁。

(4) 沙浴 用细沙作传热介质，将细沙平铺在铁板上或盛在大蒸发皿内，反应容器半埋在沙中进行加热，温度可达 350℃ 左右，适用于沸点在 80℃ 以上的液体加热，但更合适加热温度在 220℃ 以上的操作。沙浴传热慢散热快，温度分布不均匀，且不易控制，故实验室中较少使用。

1.4.2 回流

许多有机反应或用有机溶剂进行重结晶样品的溶解时，需要使反应物或溶剂在较长时间内保持沸腾才能完成，为了防止反应物或溶剂的蒸气逸出而造成损失，常在反应瓶口垂直安装冷凝管，使逸出的蒸气冷凝成液体，再流回反应瓶中继续参加反应，这一过程称为加热回流，简称回流，是一种重要的实验操作技术。

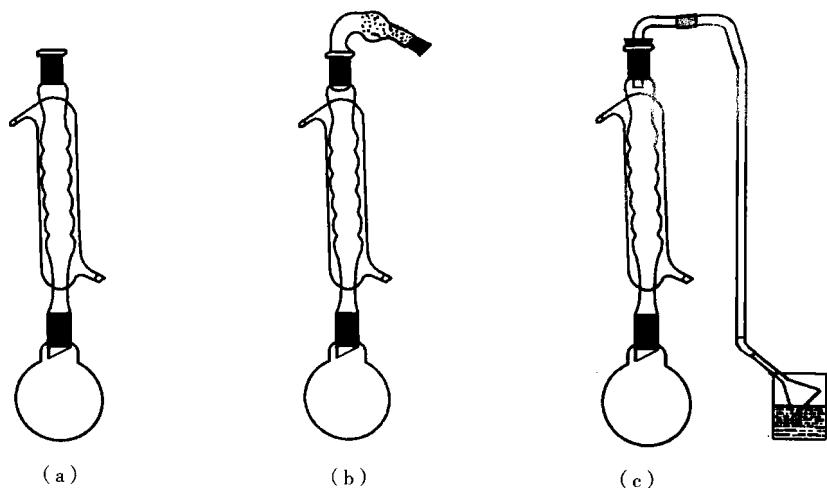


图 1.3 回流装置

常见的回流装置如图 1.3 所示。其中图 1.3 (a) 是一般的回流装置。如反应过程中要防潮, 则可在冷凝管顶端装一氯化钙干燥管如图 1.3 (b) 所示。而图 1.3 (c) 是带有气体吸收装置的回流装置, 用于反应过程中有刺激性或毒性气体产生的实验。根据逸出气体的性质不同, 可选用合适的气体吸收装置及吸收液体。

回流装置中的冷凝管一般选用球形冷凝管, 冷凝水应从下端进入, 上端出水。当蒸气沸点高于 140°C 时, 则采用空气冷凝管。回流加热前, 应在反应瓶内加沸石, 以防暴沸。

回流操作也要控制加热, 当反应瓶内液体沸腾, 球形冷凝管口有液滴滴落时, 为回流开始, 回流的速度, 应控制在蒸气的浸润不超过冷凝管下端两个球为宜, 否则因来不及冷凝, 致使反应物蒸气从冷凝管上端排出, 甚至在冷凝管中造成液封, 导致液体冲出冷凝管。

不管采用哪种装置进行回流, 装置顶端都要与大气连通, 否则会引起爆炸事故。

1.4.3 搅拌

非均相反应或反应物之一要逐渐滴加时, 为避免局部过浓、过热而导致其他副反应或反应物分解, 常要进行搅拌操作。搅拌可使反应温度均匀, 缩短反应时间和提高产率。是有机制备实验中常用的基本操作。

搅拌的方法有三种: 人工搅拌、机械搅拌和磁力搅拌。简单的、反应时间短, 反应体系无气体产生或所放出气体无毒的制备实验可用人工搅拌。否则应用机械或磁力搅拌。

机械搅拌器主要由电动机、搅拌棒和密封器三个部分组成。电动机是动力部分, 固定在支架上并与搅拌棒相连, 通电后, 电动机带动搅拌棒转动而进行搅拌。密封器是搅拌棒与反应器连接的装置, 它可防止反应器中的蒸气外逸。常用的机械搅拌装置如图 1.4 所示: