

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

徐元清 王玉霞 主编



河南大学出版社
HENAN UNIVERSITY PRESS

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

主 编	徐元清	王玉霞
副主编	徐 莉	王琪琳
	徐 浩	赵文善

河南大学出版社

· 郑州 ·

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/徐元清,王玉霞主编. —郑州:河南大学出版社,2017. 12

ISBN 978-7-5649-3173-5

I. ①有… II. ①徐… ②王… III. ①有机化学—化学实验 IV. ①O62—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 324138 号

责任编辑 郑 鑫 李亚涛

责任校对 张雪彩

助理校对 乔 慧

封面设计 陈盛杰

出版发行 河南大学出版社

地址:郑州市郑东新区商务外环中华大厦 2412 号

邮编:450046

电话:0371-86059712(高等教育与职业教育出版分公司)

0371-86059713(营销部)

网址:www. hupress. com

排 版 郑州市今日文教印制有限公司

印 刷 北京虎彩文化传播有限公司

版 次 2017 年 12 月第 1 版

印 次 2017 年 12 月第 1 次印刷

开 本 787mm × 1092mm 1/16

印 张 18.75

字 数 416 千字

定 价 48.00 元

(本书如有印装质量问题,请与河南大学出版社营销部联系调换)

前 言

《有机化学实验》是化学、化工及相关各专业独立开设的基础实验课之一,是有机化学教学不可或缺的重要组成部分。该课程的教学目标是:使学生掌握有机化学实验的一些基本操作技术,培养学生能以小量规模正确进行制备和性质实验、分离和鉴定产品的能力;培养学生能写出合格的实验报告,具有查阅一般文献的能力;培养学生独立操作能力,具有一定的综合实验能力和创新能力;培养学生良好的工作习惯,严谨的科学态度,以及安全环保意识。

本教材主要分为六部分:第一部分介绍有机化学实验的一般知识;第二部分为有机化学实验基本操作与技术,包括蒸馏、重结晶、萃取、升华和色谱分离等;第三部分为基础合成实验,涉及十四类化合物二十二个合成实验;第四部分为多步骤、综合性有机合成及设计,涉及二十四化合物合成路线的设计与合成;第五部分为有机化合物性质测试及有机化合物定性鉴定的介绍;第六部分为天然产物的提取和分离。除此之外,教材中还列有附录,包括一些特殊试剂的配制方法、常用有机溶剂的纯化及干燥、危险化学品试剂的使用知识等。

本书的特色主要体现在:①首先在内容编排上,采用逐步介绍、由浅入深、层层递进的结构模式,便于学生接受。②基于教学与科研相结合的视角,在综合合成实验部分,引入了一些经典的人名反应,并加入了一些科研中常用底物的合成,如二茂铁、苯亚甲基苯乙酮等的合成。③紧密联系实际,有针对性地选取有机合成实验和提取分离实验,与日常应用紧密关联,以提高学生实验的兴趣,如透明肥皂的制备,阿司匹林的合成,从茶叶中分离咖啡因,从黄连中分离黄连素,利用废聚酯饮料瓶回收对苯二甲酸等。

本书由徐元清、王玉霞主编,徐莉、王琪琳、徐浩、赵文善担任副主编。在编写过程中,得到了河南大学化学化工学院有机教研室全体老师的帮助和支持,参考、借鉴及引用了其他兄弟院校和老师编写的相关教材及参考书籍,在此一并表示感谢!

尽管我们在本教材的编写方面做了许多努力,但是由于编者编写水平和知识水平有限,不当之处在所难免,恳请同行、读者批评指正,并将您的宝贵意见和建议反馈给我们,以便在今后的再版中修订和改进,更好地服务于实验教学。

编 者
2017.9

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识	(1)
一、有机化学实验室的注意事项	(1)
(一) 有机化学实验室规则	(1)
(二) 有机化学实验室安全守则	(2)
(三) 事故的预防	(2)
(四) 事故的处理和急救	(4)
(五) 急救用具	(4)
二、有机化学实验室常用仪器	(5)
(一) 普通玻璃仪器	(5)
(二) 标准磨口仪器	(5)
(三) 有机化学实验其他常用仪器	(6)
(四) 仪器的装配	(6)
(五) 常用玻璃器皿洗涤、干燥及保养	(7)
(六) 电器和其他设备	(8)
三、有机化学实验常用试剂的性质、制备及纯化	(9)
(一) 有机光谱分析的样品准备	(9)
(二) 常用试剂的性质与制备纯化	(12)
四、实验预习、记录和实验报告的基本要求	(26)
(一) 实验预习报告	(26)
(二) 实验记录	(26)
(三) 实验报告及格式	(27)
五、有机化学实验的文献介绍	(28)
(一) 常用工具书	(28)
(二) 常用期刊文献	(29)
(三) 网络资源	(30)
第二部分 有机化学实验基本操作技能	(32)
一、加热与冷却	(32)

(一) 加热方法	(32)
(二) 冷却方法	(33)
二、干燥与干燥剂	(35)
(一) 基本原理	(35)
(二) 液态有机化合物的干燥	(36)
(三) 固态有机化合物的干燥	(37)
(四) 气态有机化合物的干燥	(37)
三、搅拌与搅拌器	(38)
(一) 磁力搅拌器	(38)
(二) 机械搅拌器	(38)
实验 1 塞子的选择、钻孔与简单玻璃工操作	(39)
实验 2 蒸馏和沸点的测定	(43)
实验 3 分馏	(48)
实验 4 减压蒸馏	(50)
实验 5 水蒸气蒸馏	(54)
实验 6 萃取	(57)
实验 7 重结晶	(63)
实验 8 升华	(69)
实验 9 薄层色谱	(71)
实验 10 柱色谱	(77)
实验 11 熔点测定	(81)
第三部分 基础合成实验	(86)
一、卤代烃的制备	(86)
实验 12 正溴丁烷的制备	(88)
实验 13 溴苯的制备	(91)
二、烯烃的制备	(94)
实验 14 环己烯的制备	(95)
三、醇的制备	(98)
实验 15 无水乙醇的制备	(100)
实验 16 2-甲基-2-己醇的制备	(103)
四、醚的制备	(106)
实验 17 乙醚的制备	(107)
实验 18 正丁醚的制备	(110)
五、醛酮的制备	(113)
实验 19 正丁醛的制备	(115)

实验 20 环己酮的制备	(117)
六、羧酸的制备	(120)
实验 21 己二酸的制备	(122)
实验 22 肉桂酸的制备	(124)
七、羧酸酯的制备	(127)
实验 23 乙酸乙酯的制备	(129)
实验 24 苯甲酸乙酯的制备	(132)
实验 25 乙酰水杨酸的制备	(135)
八、酯的水解反应	(138)
实验 26 透明肥皂的制备	(140)
九、酰胺的制备	(142)
实验 27 乙酰苯胺的制备	(144)
实验 28 己内酰胺的制备	(147)
十、芳香胺的制备	(149)
实验 29 苯胺的制备	(150)
十一、芳基重氮盐的应用	(153)
实验 30 甲基橙的制备	(154)
十二、芳香硝基化合物的制备	(157)
实验 31 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	(158)
十三、杂环化合物的制备	(161)
实验 32 8-羟基喹啉的制备	(162)
十四、Diels - Alder 反应	(165)
实验 33 环戊二烯和马来酸酐的加成	(167)
第四部分 综合实验	(170)
实验 34 苯乙醚的制备	(170)
实验 35 苯氧乙酸的制备	(172)
实验 36 二苯甲醇的制备	(174)
实验 37 苯乙酮的制备	(176)
实验 38 苯亚甲基苯乙酮的制备	(178)
实验 39 对溴乙酰苯胺的制备	(180)
实验 40 对溴苯胺的合成	(182)
实验 41 对氯甲苯的制备	(183)
实验 42 对硝基溴苯的制备	(186)
实验 43 乙酰乙酸乙酯的制备及性质	(188)
实验 44 4-苯基-2-丁酮的制备	(190)

实验 45	苯甲醇和苯甲酸的制备	(192)
实验 46	氯化三乙基苄基铵的制备	(195)
实验 47	通过 Wittig 反应制备反 -1,2 - 二苯乙烯	(196)
实验 48	通过 Horner - Wadsworth - Emmons 反应制备反 -1,2 - 二苯乙烯	(199)
实验 49	安息香的制备	(201)
实验 50	2 - 乙酰基环戊酮的制备	(203)
实验 51	二苯基乙二酮的制备	(205)
实验 52	二苯乙醇酸的制备	(207)
实验 53	4,4 - 二甲基 - 2 - 环己烯 - 1 - 酮的制备	(208)
实验 54	二茂铁的制备	(210)
实验 55	对苯醌的制备	(212)
实验 56	邻羟基苯乙酮的制备	(214)
实验 57	邻氨基苯甲酸的制备	(216)
第五部分	从天然产物或废弃物中提取有机物	(219)
实验 59	从茶叶中提取咖啡因	(220)
实验 60	八角茴香中挥发油的提取分离	(224)
实验 61	从黄连中提取黄连素	(226)
实验 62	从烟叶中提取烟碱	(228)
实验 63	从红辣椒中提取辣椒红色素	(230)
实验 64	从菠菜中提取菠菜色素	(232)
实验 65	利用废聚酯饮料瓶回收对苯二甲酸	(235)
第六部分	有机化合物的性质实验	(237)
实验 66	有机元素定性分析	(237)
实验 67	甲烷和烷烃的性质	(241)
实验 68	烯烃、炔烃的性质	(242)
实验 69	芳烃的性质	(245)
实验 70	卤代烃的性质	(248)
实验 71	醇和酚的性质	(249)
实验 72	醛和酮的性质	(253)
实验 73	羧酸及其衍生物的性质	(257)
实验 74	胺的性质	(262)
实验 75	某些杂环化合物和生物碱的性质	(265)
实验 76	糖类化合物的性质	(266)
实验 77	氨基酸和蛋白质的性质实验	(271)
附录		(277)

附录一 常用试剂的配制	(277)
1. 2,4 - 二硝基苯肼溶液	(277)
2. 卢卡斯 (Lucas) 试剂	(277)
3. 托伦 (Tollens) 试剂	(277)
4. 谢里瓦诺夫 (Seliwanoff) 试剂	(277)
5. 希夫 (Schiff) 试剂	(277)
6. 0.1% 茚三酮溶液	(278)
7. 饱和亚硫酸氢钠	(278)
8. 饱和溴水	(278)
9. 莫利许 (Molish) 试剂	(278)
10. 盐酸苯肼 - 醋酸钠溶液	(278)
11. 本尼特 (Benedict) 试剂	(278)
12. 淀粉 - 碘化钾试纸	(278)
13. 蛋白质溶液	(279)
14. 10% 淀粉溶液	(279)
15. β - 萘酚碱溶液	(279)
16. 斐林 (Fehling) 试剂	(279)
17. 碘溶液	(279)
附录二 有毒、危害性化学药品知识	(279)
一、化学药品毒性分类	(279)
1. 致癌物质	(279)
2. 剧毒品	(279)
3. 高毒品	(280)
4. 中等毒品	(280)
5. 低毒品	(280)
二、有毒化学物质对人体的危害	(280)
参考文献	(289)

第一部分 有机化学实验的一般知识

有机化学实验是有机化学理论课程的重要组成部分。实验课的任务不仅是巩固和加深对课堂所学基础理论知识的理解,更重要的是它以基本操作技能训练为主,结合合成、设计性实验内容,重点培养学生的综合能力和综合素质、提高学生的动手能力,发现问题、分析问题和解决问题的能力,以及开展科学研究的初步能力,为将来进一步应用化学知识和技术在解决生产实践和科学研究中所涉及的化学问题打下良好的基础。

一、有机化学实验室的注意事项

(一) 有机化学实验室规则

为保证有机化学实验的顺利进行,培养学生良好的实验习惯、正确的实验方法、严谨的科学态度,以达到预期的教学目的。学生必须遵守如下的有机化学实验规则:

(1) 切实做好实验前的一切准备工作:做好实验预习,按要求写出预习笔记,拟订实验计划,禁止在做实验时,边看边做“照方抓药”。如没有做好实验前的一切准备工作,则不得进入实验室。

(2) 进入实验室时,应熟悉实验室及周围的环境:如熟悉灭火器材、急救药箱的使用和放置地方。严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的注意事项。如有意外事故发生应及时报请老师处理。

(3) 实验时应遵守实验纪律、保持安静、精力集中、认真操作、细致观察、积极思考、如实记录。不得擅自离开岗位。

(4) 遵从教师的指导,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。若进行更改,须征求教师意见同意后,方可改变。

(5) 应保持实验室的整洁。暂时不用的器材,放在柜子内,以免碰倒损坏。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃碎片等应分别放在指定的地点,不得乱丢,更不得丢入水槽,废酸和废碱应分别倒入指定的缸中。

(6) 爱护公共物品,并在指定的地点使用,保持整洁。要节约用水、电和药品。如有损坏仪器按要求办理登记换领手续。

(7) 实验结束离开实验室时,应把水、电开关关闭。值日生应打扫实验室,将废物缸倒净。

(二) 有机化学实验室安全守则

由于在有机化学实验中,经常使用易燃、易爆、有毒或有腐蚀性的药品等。这些药品若使用不当,就有可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外,玻璃器皿、电器等设备使用或处理不当也会产生事故。但是,这些事故都是可以预防的。只要实验者树立安全第一的思想,认真预习和了解所做实验中所用物品和仪器的性能、用途、可能出现的问题及预防措施,并严格执行操作规程,就能有效地保护人身和实验室的安全。为确保实验的顺利进行,学生应当遵守以下安全守则:

(1) 做好实验前的预习,了解实验所用仪器、药品的性能、危害及注意事项。

(2) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确、稳固,如蒸馏、回流和热源,反应体系一定要和大气相通。

(3) 实验进行时应该经常注意观察仪器有无漏气、破裂,反应进行是否正常等情况。

(4) 易燃、易挥发物品,不得放在敞口容器中加热、远离明火。

(5) 有可能发生危险的实验,在操作时应加置防护屏或戴防护眼镜、面罩和手套等防护设备。

(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,应按规定处理,以免污染环境,影响身体健康。

(7) 实验结束后要及时洗手,严禁在实验室内吸烟、喝水或吃食品。

(8) 要熟悉安全器材如灭火器、沙桶以及急救药箱的放置地点及使用方法,并妥善保管。安全用具及急救药品不准挪动存放位置或移作他用。

(三) 事故的预防

1. 火灾事故的预防

实验中使用的有机溶剂大多是易燃的,着火是有机实验中常见的事故,因此,应尽可能避免使用明火。防火的基本原则有以下几点注意事项:

(1) 在使用易燃溶剂时要特别注意:① 应离远明火;② 勿将易燃、易挥发物品放在敞口容器中直接加热;③ 加热必须在水浴中进行,切勿使容器密闭;④ 火源与易燃溶剂应尽可能远离。

(2) 蒸馏装置不能漏气,如发现漏气,应及时查明原因。若因塞子被腐蚀时,待冷却后,才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器,且尾气应远离明火或引入下水道。

(3) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:① 切勿忘加沸石或素瓷片,若在加热后发现未放沸石,则应立即停止加热,待稍冷后再放。否则在过热溶液中加入沸石会导致液体突然沸腾,冲出瓶外而引起火灾;② 严禁直接加热;③ 瓶内液体量不能超过烧瓶容积

的2/3;④加热速度宜慢不能快,避免局部过热。

(4) 用油浴加热蒸馏或回流时,应绝对避免水滴溅入热油中而引起火灾,为此冷却水不要开得太大以免水压过高而把橡皮管冲开造成事故。

(5) 处理大量的易燃液体时应在通风橱内或指定的地方进行,要求室内无明火。

(6) 不得把燃着或带火星的火柴或纸条乱扔乱掷,也不得丢入废物缸中,否则易发生事故。

2. 爆炸的预防

在做有机化学实验时预防爆炸的一般措施如下:

(1) 蒸馏装置必须安装正确。常压操作时,切勿将体系密闭;减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器,不可用锥形瓶,否则可能会发生炸裂。

(2) 使用易燃易爆气体如氢气、乙炔等时,要保持室内空气畅通,严禁明火,并应防止一切火星的发生。有机溶剂如乙醚或汽油等的蒸气与空气相混时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸,应特别注意。

(3) 使用乙醚时,必须先检验是否有过氧化物存在,若发现有过氧化物存在,应立即用硫酸亚铁或其他还原剂除去过氧化物后才能使用,最好在通风橱内进行。

(4) 对于易发生爆炸的化合物,或遇氧化物会发生猛烈爆炸或燃烧的化合物时,或可能生成有危险性化合物的实验,如重金属乙炔化合物、苦味酸金属盐等都应事先了解其性质、特点及注意事项,操作时要特别小心。

(5) 开启有挥发性液体的试剂瓶时,应先用冷水冷却,开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而导致伤害。当瓶塞不易开启时,必须注意瓶内贮存物质的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

(6) 卤代烷勿与金属钠接触,因反应剧烈易发生爆炸。钠屑须放于指定的地方。

3. 中毒的预防

(1) 对有毒药品应小心操作,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,并向使用者指出必须注意遵守的操作规程。对实验后的有毒残渣必须作妥善有效处理,不准乱丢。

(2) 有些有毒物质会渗入皮肤,因此,使用这些有毒物质时必须穿工作服,戴手套,操作后立即洗手,切勿让有毒药品沾及五官或伤口。

(3) 在反应过程中可能会产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,实验过程中,不要把头伸入橱内,使用后的器皿应立即清洗。

4. 触电的预防

使用电器时,应防止人体与金属导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿的物体接触电插头。装置或设备的金属外壳等都应连接地线。实验后应先切断电源,再将电器连接总电源的插头拔下。

(四) 事故的处理和急救

1. 火灾

实验室一旦起火,应立即组织室内人员一面灭火,一面防止火势蔓延(措施:切断电源、移去易燃药品等措施)。灭火要针对起因选用适宜的方法:一般小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物;火势大时可使用泡沫灭火器;电器失火时切断电源,切勿用水泼救,以免触电;若衣服着火,切勿惊慌乱跑,应赶紧脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或立即就地打滚,或迅速以大量水扑灭。

2. 玻璃割伤

伤处不能用手抚摸或用水洗涤。应先取出伤口中的玻璃碎片或固体物,用3% H_2O_2 洗后涂上紫药水或碘酒,再用绷带扎住。大伤口则应先按紧主血管以防大量出血。

3. 烫伤

不要用水冲洗烫伤处。烫伤不重时,可涂凡士林、万花油,或者用蘸有酒精的棉花包扎伤处;烫伤较重时,立即用蘸有饱和苦味酸或高锰酸钾溶液的棉花或纱布贴上,送医院处理。

4. 灼伤

酸灼伤时:应立即用大量水冲洗,再用3% NaHCO_3 溶液或肥皂水处理;碱灼伤时:水洗后用1% HOAc 溶液或饱和 H_3BO_3 溶液洗。

酸或碱溅入眼内:酸液溅入眼内时,立即用大量自来水冲洗眼睛再用3% NaHCO_3 溶液洗眼;碱液溅入眼内时,先用自来水冲洗眼睛,再用10% H_3BO_3 溶液洗眼。最后均用蒸馏水将余酸或余碱洗净。

溴或苯酚灼伤:皮肤被溴或苯酚灼伤,应立即用大量有机溶剂如酒精或汽油洗去溴或苯酚,最后在受伤处涂抹甘油。

5. 中毒

溅入口中尚未咽下者应立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医院。

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。不论酸或碱中毒皆再灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

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解,再用一大匙硫酸镁(约30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院。

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。

(五) 急救用具

为处理事故需要,实验室应备有急救箱,内置以下物品:

1. 绷带、纱布、药用脱脂棉、橡皮膏、医用镊子、剪刀等；
2. 凡士林、创可贴、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等；
3. 醋酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%及饱和)、医用酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

二、有机化学实验室常用仪器

(一) 普通玻璃仪器



(二) 标准磨口仪器





(三) 有机化学实验其他常用仪器



图 1-1 旋转蒸发器

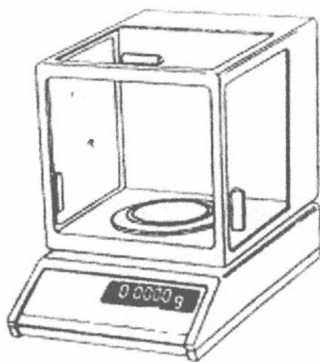


图 1-2 精密电子天平



图 1-3 气流烘干机

(四) 仪器的装配

仪器装配得正确与否与实验的成败有很大关系。因此装配必须注意以下几点：

1. 热源的选择 实验中用得最多的是水浴、油浴、电加热套、沙浴、空气浴。根据所需温度的高低及化合物的特性来决定。一般低于 80°C 的用水浴, 高于 80°C 的用油浴。如果化合物比较稳定, 沸点较高, 可以用电加热套加热;

2. 熟悉装置的仪器和配件;

3. 根据实验要求, 选择干净合适的仪器, 做好装配前的一切准备工作;

4. 从安全、整洁、方便和留有余地的要求出发, 大致安排台面和确定装配仪器的位置。然后放好支架, 按照一定的要求和顺序, 一般是“先下后上, 先左后右”, 先难后易逐个装配。拆卸前, 先停止加热, 移走热源, 待稍微冷却后, 先取下产物, 然后再逐个拆掉仪器, 顺序与装配相反;

5. 玻璃仪器用铁夹牢固地夹住, 不宜太松或太紧。铁夹不能与玻璃直接接触, 应套上橡皮管, 粘上石棉垫或者用石棉绳包扎起来。需要加热的仪器, 应夹住仪器受热最低的位置。冷凝管则应夹中间部位。

6. 装配完毕后必须对仪器和装置仔细地进行检查。检查每件仪器和配件是否符合要求, 有无破损; 整个装配是否做到正确、整齐、稳妥、严密, 一般是上下看一条线, 左右看一个面; 再检查安全(包括仪器安全、系统安全和环境安全)注意装置是否与大气相通, 不

能是封闭体系(除了在压力釜中的反应,剧毒的反应或十分贵重化合物的反应)。经检查确认装置没有问题后方能使用。对于初次做合成实验者应请老师检查认可后,才可进行实验。

(五) 常用玻璃器皿的洗涤、干燥及保养

1. 玻璃仪器的洗涤和保养

化学实验用的玻璃仪器需要干净,洗涤仪器的方法很多,应根据实验的要求、污物的性质和污染的程度来决定。

有机化学实验各种玻璃仪器的性能是不同的,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洗涤方法:

(1) 温度计:温度计水银球部位的玻璃很薄,容易打破,使用时要特别留心,一不能用温度计当搅拌棒使用;二不能测定超过温度计的最高量程的温度;三不能把温度计长时间放在高温溶剂中。否则,会使水银球变形及读数不准。

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,应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:冷凝管通水后很重,所以安装冷凝管时应将夹子夹紧在冷凝管的重心部位以免翻倒。如内外管都是玻璃质的则不适用于高温蒸馏。

洗刷冷凝管时要用长毛刷,如用洗涤液或有机溶液洗涤时,用软木塞塞住一端。不用时,应直立放置,使之易干。

(3) 蒸馏烧瓶:蒸馏烧瓶的支管处易被折断,故在使用或放置时要特别注意蒸馏瓶的支管,且支管的熔接处不能直接加热。其洗涤方法和烧瓶的洗涤方法相同。

(4) 分液漏斗:分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂成套的,各个分液漏斗之间也不要互相调换,否则可能漏液。且使用时要注意保护,用后一定要在活塞和盖子的磨砂口间垫上纸片,以免日久后难以打开。

2. 玻璃仪器的干燥

有机化学实验往往都要使用干燥的玻璃仪器,故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之干燥的习惯。干燥玻璃仪器的方法有以下几种:

(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有不溶物或油污,装着水把它倒转过来,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)放干燥架上自然风干,这是常用又简单的方法。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。

(2) 烘干:用气流烘干机烘干(仪器口朝下),用烘箱烘干(仪器口向上),带有磨砂口玻璃塞的仪器必须取出活塞拿开才可烘干,烘箱内的温度保持在 $100 \sim 105^{\circ}\text{C}$,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再取出。切不可让很热的玻璃仪器沾上水,以免破裂。

(3) 吹干:用压缩空气或吹风机将仪器吹干。

(六) 电器和其他设备

1. 红外灯

红外灯用于低沸点易燃液体的加热。使用红外灯加热,既安全又可避免水浴加热时水气进入反应体系;温度易于调节,升或降温速度快;使用时受热容器应正对灯面,中间留有空隙。红外灯也可用于固体样品的干燥。

2. 电加热套(电热幅)

电加热套是由玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器,由于它不是明火,因此加热和蒸馏易燃有机化合物时,具有不易着火的优点,热效率也高。电加热套相当于一个均匀加热的空气浴。加热温度通过变压器调节。最高加热温度可达 400°C ,是有机合成实验中一种简便、安全的加热装置。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配,电热套主要用做加热回流的热源。

3. 调压变压器

调压变压器主要通过调节电压来调节电炉的温度和电动搅拌器的速率等。使用时应注意以下几点:

- (1) 安全用电,接好地线;
- (2) 不超负荷使用;
- (3) 调节时要缓慢均匀,注意及时更换碳刷;
- (4) 用完后,旋钮回零断电,放在干燥通风处,不得靠近有腐蚀性的物体。

4. 电动搅拌器

电动搅拌器是有机化学实验中常用的机械搅拌装置,通过变速器或外接调压变压器调节搅拌速度。使用时应注意以下几点:

- (1) 开启或关闭时应逐渐变速,搅拌速度不能太快,以免液体溅出或打碎仪器;
- (2) 不能超负荷运转,也不能运转时无人照看;
- (3) 电动搅拌器长时间运转往往使电机发热,不能超过 $50 \sim 60^{\circ}\text{C}$ (有烫手的感觉);
- (4) 使用时必须接地线。经常保持清洁干燥,防潮、防腐蚀,轴承经常加油保持润滑。

5. 磁力搅拌器

磁力搅拌器既能加热,又能调节搅拌速度,使用方便。调节转速旋钮使电动机带动磁子,达到搅拌的目的,同时利用磁场盘下面的电阻丝加热溶液。使用时应注意:

- (1) 磁力加热搅拌器使用时须接地线;
- (2) 搅拌磁子必须冲洗干净,放置和取出时应停止搅拌,动作要小心,以免打破玻璃容器;