

徐 森 编著

TEXTBOOK FOR HIGHER EDUCATION

高等学校教材

有机化学实验

(含报告册)

YOUJI HUAXUE
SHIYAN

西北工业大学出版社

有机化学实验

徐 森 编著

西北工业大学出版社

【内容简介】 本书分为有机化学实验基础知识、有机化学实验基本操作和有机化合物的制备与反应3章,涉及有机化学重要的、有代表性的、典型的反应和反应类型。

本书可作为高等院校应用化学、化学工程与工艺、食品科学、生物工程、轻化工程、环境工程、制药工程、材料工程等专业本科生的有机化学实验课程的教材,也可作为学生进行开放性实验和课余研究活动的主要参考书,还可供从事相关专业的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验:含报告册/徐森编著. —西安:西北工业大学出版社,2016.9
ISBN 978-7-5612-5095-2

I. ①有… II. ①徐… III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第222491号

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路127号 邮编:710072

电话:(029) 88493844 88491757

网址:www.nwpup.com

印刷者:陕西天意印务有限责任公司

开本:787 mm×1 092 mm 1/16

印张:8

字数:184千字

版次:2016年9月第1版 2016年9月第1次印刷

定价:25.00元

前言

preface

为了适应高等教育教学改革发展的要求,结合应用化学专业实验教学的基本要求和内容,再根据有机化学实验的具体实践编写了本书,旨在帮助学生在掌握有机化学基本概念、基本理论、基本方法、基本反应及机理的基础上,从实验中进一步加深理解,从而学以致用,能够发现问题并解决问题,以满足培养化学专业高素质创新人才的需要。

全书分为有机化学实验基础知识、有机化学实验基本操作和有机化合物的制备与反应3章。内容涉及有机化学重要的、有代表性的、典型的反应和反应类型,一般知识、基本操作部分叙述更为翔实,在实验内容、实验手段和编写方式上都做了许多有益的尝试。本书可作为高等院校应用化学、化学工程与工艺、食品科学、生物工程、轻化工程、环境工程、制药工程、材料工程等专业本科生的有机化学实验课程的教材,也可作为学生进行开放性实验和课余研究活动的主要参考书,还可供从事相关专业的科技人员参考。

在教材编写过程中,实验选材选取了能够培养学生实际动手能力的相关实验。同时,得到了学院许多教师的大力支持和热情帮助,尤其是有机化学方向的教师,在此向所有给与支持 and 帮助的教师和学生表示衷心的感谢!

由于水平有限,书中难免有疏漏、欠妥之处,恳请有关专家和读者批评指正。

编者

2016年7月

目 录

contents

第1章 有机化学实验基础知识	1
1.1 有机化学实验的一般知识	1
1.2 有机化学实验预习、记录、实验报告及考核方法	5
1.3 有机化学实验常用的仪器和装置	8
第2章 有机化学实验基本操作	19
2.1 实验一 熔点测定	19
2.2 实验二 沸点测定	22
2.3 实验三 折光率的测定	23
2.4 实验四 简单蒸馏及分馏	26
2.5 实验五 水蒸气蒸馏	28
2.6 实验六 减压蒸馏	31
2.7 实验七 萃取和洗涤	35
2.8 实验八 重结晶及过滤	38
2.9 实验九 薄层色谱	41
2.10 实验十 柱色谱	45
第3章 有机化合物的制备与反应	48
3.1 实验十一 无水醇的制备	48
3.2 实验十二 环己烯的制备	49
3.3 实验十三 苯甲醛的制备	53
3.4 实验十四 乙酸正丁酯的制备	56
3.5 实验十五 1-溴正丁烷的制备	59
3.6 实验十六 肉桂酸的制备	61
3.7 实验十七 TLC技术控制加入反应物的量——二苯酮的制备	63
3.8 实验十八 格利雅反应——三苯甲醇的制备	64
3.9 实验十九 苯甲醇与苯甲酸的制备	66

3.10 实验二十 甲基橙的制备..... 68

参考文献..... 70

第1章 有机化学实验基础知识

1.1 有机化学实验的一般知识

1.1.1 教学目的、任务

(1) 使学生掌握有机化学实验的基本操作技术, 正确地进行制备试验和性质实验, 分离和鉴定制备产品的能力。

(2) 培养能写出合格的实验报告, 初步会查阅文献的能力。

(3) 培养良好的实验工作方法和工作习惯, 以及实事求是和严谨的科学态度。为此, 首先介绍有机化学实验的一般知识, 学生在进行有机化学实验之前, 应当认真学习和领会这部分内容。

1.1.2 有机化学实验室的相关知识

1. 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常进行, 培养良好的实验方法, 并保证实验室的安全, 学生必须严格遵守有机化学实验室规则。

(1) 学生要提前 5 min 进入实验室。进入实验室时, 应熟悉实验室灭火器材。实验时应遵守纪律, 保持安静。

(2) 实验前必须写好预习报告, 预习报告不合格不允许做实验。做实验时只能看预习报告, 不能看实验教材。

(3) 实验时必须听从实验教师的指导, 不听从指导者, 教师有权停止其实验, 本次实验按不及格论。

(4) 学生不能自己擅自决定重做实验, 否则本次实验按不及格论。

(5) 实验中不得有任何作弊行为, 否则本课程按不及格论。

(6) 在设计性实验阶段, 将开放实验室。

(7) 实验完毕离开实验室时, 应把水、电和煤气开关关闭。

2. 有机化学实验室安全知识

由于有机化学实验室所用的药品多数是有毒的、可燃的并有腐蚀性或爆炸性, 所用的仪器设备大部分是玻璃制品, 故在实验室工作, 若粗心大意, 就易发生事故。必须认识到化学实验室是潜在危险场所, 必须经常重视安全问题, 提高警惕, 严格遵守操作规程, 加强安全措施, 以避免事故的发生。

下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

(1) 实验室安全守则。

主要有电、水、火、气、毒、腐以及违反操作规程等原因会造成各种危害、伤害乃至人身安全。例如会导致火灾、水灾、触电、中毒、爆炸等严重事故发生。给国家财产造成损失，给人员造成伤害，损坏衣物，伤及皮肤、眼睛等，甚至危及生命，因此我们务必予以高度重视。万万不可粗心大意，掉以轻心。

(2) 实验室事故的预防。

1) 水。①水龙头开得过大，冷却水量过大，导致橡胶水管冲脱；②水管冻裂漏水；下水道堵塞，导致水流不畅堵死，漫水；③实验完毕，冷却水没有关闭，导致溢水成灾。

2) 电。①实验完毕电源没有关闭切断，导致设备仪器长时间工作发烫，引发火灾。②电线老化导电、漏电，轻者电击发麻，重者触电身亡。③电线受潮导电、漏电，轻者电击发麻，重者触电身亡。④设备壳体导电、漏电，轻者电击发麻，重者触电身亡。⑤操作不当，装置设备没有装接完成，就通电工作，导致事故发生。

3) 气。①实验中有毒气体产生，通风不畅，导致中毒、皮肤过敏、呼吸道感染、鼻黏膜刺激、眼睛流泪。②氧气瓶等的保管存放不当，如附近有明火、发热发烫，导致火灾爆炸。③实验室空气不畅，导致头昏眼花、精神不振，影响实验操作，导致误操作，甚至窒息，发生事故。

4) 火。①电线老化，引发火灾；明火引起可燃物质燃烧起火。②实验结束，仪器设备电源没有切断，导致设备仪器长时间工作发烫，引发火灾。③实验室严禁明火，如吸烟、燃烧物品、摩擦静电均会引发火灾。

5) 毒。①有毒物质与皮肤接触，中毒，腐蚀性溶剂液体物质腐蚀衣服、书本书包等物品。皮肤过敏，腐蚀皮肤。②有毒物质随水流入下水道，污染环境。③有毒气体产生，实验中有毒气体产生，通风不畅，导致中毒、皮肤过敏、呼吸道感染、鼻黏膜刺激、眼睛流泪。

6) 爆炸的预防。①某些化合物易爆炸（如有机过氧化物、芳香族多硝基化合物受热或敲击，均会爆炸），应避免其加热或烘干。②仪器装置不当会引起爆炸。若常压操作，仪器装置必须与大气相通。③反应中有气体产生的实验，应在通风橱中进行，用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。

(3) 事故的处理和急救。

1) 玻璃割伤。

一般轻伤，挤出污血，用消毒镊子取出玻璃碎片，蒸馏水洗净伤口，涂碘酒，贴创可贴；大伤口，用绷带扎紧伤口上部，使伤口止血，急送医院。

2) 烫伤。

不要用冷水洗涤伤处。伤处皮肤未破时，可涂擦饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠粉调成糊状敷于伤处，也可抹烫伤膏；如果伤处皮肤已破，可涂些紫药水或1%高锰酸钾溶液。

3) 药品灼伤。

先分析药品性质，一般用大量水冲洗；若被酸灼伤，再用饱和碳酸氢钠溶液洗；若被碱灼伤，再用1%醋酸洗；最后都用水洗，再涂上药用凡士林。被溴液灼伤，立即用石油醚冲洗，再用2%硫代硫酸钠溶液洗，然后用沾有甘油的棉花擦，再敷以油膏。

4) 毒物进入口中。

将 5 ~ 10 ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中, 内服后, 用手指伸入咽喉部, 促使呕吐, 吐出毒物, 然后立即送医院。为了避免发生此类事故, 实验室禁止喧哗、吃零食、吃点心。

3. 有机化学实验废物的处置

在有机化学实验中和实验结束后往往会产生各种固体、液体等废物, 为提倡环境保护, 遵守国家的环保法规, 减少对环境危害, 可采用如下处理方法。

(1) 所有实验废物应按固体、液体, 有害、无害等分类收集于不同的容器中, 对一些难处理的有害废物可送环保部门专门处理。

(2) 少量的酸(如盐酸、硫酸、硝酸等)或碱(如氢氧化钠、氢氧化钾等)在倒入下水道之前必须被中和, 并用水稀释。

(3) 有机溶剂必须倒入带有标签的废物回收容器中, 并存放在通风处。

(4) 对无害的固体废物, 如滤纸、碎玻璃、软木塞、氧化铝、硅胶、硫酸镁、氯化钙等可直接倒入普通的废物箱中, 不应与其他有害固体废物相混; 对有害的固体废物, 应放入带有标签的广口瓶中。

(5) 对能与水发生剧烈反应的化学品, 处置之前要用适当的方法在通风橱内进行分解。

(6) 对可能致癌的物质, 处理起来应格外小心, 避免与手接触。

附注: 有机化学实验室的防火

在实验室工作中, 由于所用材料、实验条件的复杂和不可预知问题的发生, 常易发生火灾爆炸事故, 造成科学研究上的无法弥补的损失, 因此, 做好实验室防火工作是科学研究的基础保障工作之一。在各类实验室中, 尤以有机化学实验室使用易燃易爆化学物品量大、类多, 不安全因素多, 火灾危险性也最大, 因此, 应把有机化学实验室作为实验室防火工作的重点。

一、有机化学实验室的火灾危险性

有机化学实验室火灾危险性大是由多方面的因素决定的。

在有机化学实验室中, 各种易燃易爆化学物品的使用极为普遍, 这些物品, 有的易燃, 有的自燃, 有的相互间性质抵触, 稍有不慎, 就很可能酿成火灾事故; 有机化学实验室大量使用各类电气设备, 个别情况下还有明火作业, 从而增大了实验室的火灾危险性; 有机化学实验室经常进行的蒸馏、回流、萃取、电解等典型操作, 都以火灾危险性大为重要特点。

从事实验室工作的人员的安全素质也参差不齐, 对实验中的消防安全重视不够, 尤其是未经过消防培训的实验室工作人员, 对防火安全工作缺乏应有的认识, 消防安全意识淡薄、不按操作规程操作的现象较多, 再加上对实验要领掌握不够, 操作不熟练, 或出现误操作, 使火灾防不胜防。

另外, 许多有机化学实验室年代久, 建筑结构、布局不合理, 加之采用的设备老化或在安全防范方面存在缺陷, 也是其火灾多发的重要因素。

二、有机化学实验室防火措施

1. 加强实验室人员的消防安全教育

要对实验人员进行细致的岗前消防安全教育, 使其既要掌握基本的安全操作规程和防火常识, 又要了解国家的消防法律法规和各项规章制度, 来约束自己的行为, 还要掌握基本的灭火方法和火灾情况下

的自救常识。

2. 加强易燃易爆化学物品管理

有机化学实验室使用的物品多为易燃易爆物品, 这些物品由于性质活泼、稳定性差, 极易诱发火灾爆炸事故。因此加强其储存的消防管理, 断绝火灾发生的物质来源是有机化学实验室防火的重点。

首先应严格限制实验室内各种物品的存量。一般情况下, 实验室内做实验剩余或常用的少量易燃易爆化学物品, 总量不超过 5 kg 时, 应放置到金属柜内由专人保管, 超过 5 kg 时, 应及时交回到危险品库房储存, 严禁把实验室当作仓库使用。

其次应严格易燃易爆物品存放的管理。应严格执行分类、分项存放的原则, 严防跑、冒、滴、漏现象的发生。实验室使用或制得的物品必须严格封闭保存, 防止挥发或变质引发事故; 任何物品一经放置于容器后必须立即贴上标签, 发现异常应及时检查验证, 不能乱丢乱放和盲目使用; 冰箱内严禁存放低闪点类液体, 存放其他可燃液体时也应完全封闭, 防止液体挥发遇冰箱启闭火花引发爆炸事故; 存放危险品的位置应避免日光照射, 向阳的窗户等开口部位应有遮阳设施; 实验室使用的各类气源钢瓶(如氢气)应设专库储存, 使用管道供气, 瓶库应有良好的通风、降温、防爆、防静电等消防安全措施。大量使用可燃气体的实验室应根据规定设置可燃气体检漏报警装置。

3. 严格执行操作规程

有机化学实验室火灾也和工矿企业火灾一样, 多是由违反操作规程引发、又因缺乏相应扑救措施而惊慌失措酿成灾害的。因此严格执行操作规程是做好实验室防火工作的最基本、最可靠的手段。

有机实验室首先要根据各类实验的性质, 在积累经验的基础上, 建立科学的蒸馏、回流、萃取、电解等典型有机化学实验的安全操作规程, 并确保实验人员严格按规程操作, 实验中要修改规程时, 必须经小量实验的科学论证。在具体实验中还应注意以下主要事项: 在蒸馏或回流实验中必须预先放置沸石, 防止溶液过热爆沸而冲出(若在加热中发现未放沸石时, 则应停止加热, 待稍冷后再放)。加热应避免明火直接加热烧瓶, 应根据沸点的高低选用水浴、油浴或电热包加热, 并保证冷凝水畅通(防止大量蒸气来不及冷凝而喷出); 严禁将实验残液随处乱倒, 应密闭回收后统一处理; 蒸馏和回流操作要保证整套系统严密不漏气, 真空接引管的尾气应由通风橱排出; 对于常压操作, 应使用全套装置和大气相通, 防止形成密闭体系; 减压操作, 应选用圆底烧瓶, 不可用锥形瓶以免炸裂; 加压操作应密切监视釜内压力以免超过安全负荷。

久置的有机化合物如醚、共轭烯烃等物质因生成易爆炸的过氧化物, 需特殊处理后方可使用。

4. 严格用电管理

电气故障是发生火灾的重要原因之一。有机化学实验室内各类电气设备较多, 应严格管理。电气线路的敷设、电气设备的安装、保护和维修都应严格执行国家的有关规范, 严禁无证人员操作及使用临时线和私拉乱接, 电气设备应做到人走电断, 确保安全; 经常使用易燃易爆气体和液体的实验室的电气设施应达到整体防爆要求。另外, 电气设备及线路应及时检测和更新, 避免带隐患运转, 养患成灾。

三、初期火灾扑救

实验室首先要配备相应种类的灭火器材, 既包括各类自动消防设施(自动报警、自动灭火、安全疏散、事故照明等等), 也包括简易实用的灭火器、灭火毯等工具, 并确保每个人都能熟练应用。对于初期火灾, 首先当熄灭附近的所有火源(如酒精灯), 切断电源, 移走易燃、可燃物质。小容器内物质着火可用石棉毯或湿抹布覆盖以隔绝氧气而窒息。较大的火灾根据着火物质性质选用灭火器扑救。一般情况下, 易燃液体类火灾选用二氧化碳、干粉等类灭火器, 电气火灾选用二氧化碳、1211 类灭火器。但要注意, 电气

和忌水物质(如碳化钙、钠)火灾不能用水性灭火器(如泡沫灭火器),钠不能用二氧化碳、水性灭火器,油浴和有机溶剂着火禁用水扑救,防止其随水流散而使火蔓延。火灾较大时,要及时报警,并采取有效措施及时逃离火灾现场。

1.2 有机化学实验预习、记录、实验报告及考核方法

1.2.1 实验预习

为了做好实验、避免事故,在实验前必须对所要做实验有尽可能全面和深入的认识。这些认识包括实验的目的要求,实验原理(化学反应原理和操作原理),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,实验中可能出现的现象和可能发生的事故等。

为此,需要认真阅读实验的有关章节(含理论部分、操作部分),查阅适当的手册,做出预习笔记。预习笔记也就是实验提纲,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。在操作步骤的每一步后面都需留出适当的空白,以供实验时作记录之用。

1.2.2 实验记录

在实验过程中应认真操作,仔细观察,勤于思索,同时应将观察到的实验现象及测得的各种数据及时真实地记录下来。由于是边实验边记录,可能时间仓促,故记录应简明准确,也可用各种符号代替文字叙述。例如用“ Δ ”表示加热,“ $\downarrow$ ”表示沉淀生成,“ $\uparrow$ ”表示气体放出,“sec.”表示“秒”,“ $T \uparrow 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ”表示温度上升到 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$,”+NaOH sol”表示加入氢氧化钠溶液,等等。

1.2.3 实验报告

实验报告是将实验操作、实验现象及所得各种数据综合归纳、分析提高的过程,是把直接的感性认识提高到理性概念的必要步骤,也是向导师报告、与他人交流及储存备查的手段。实验报告是将实验记录整理而成的,不同类型的实验有不同的格式。

1. 化合物性质实验的实验报告

示例如下:

实验项目	操作	现象	反应与解释
烯烃的化学性质 ①与溴作用	在试管中放入0.5 mL 2%的 $\text{Br}_2\text{-CCl}_4$ 溶液,滴入4滴环己烯,振摇	溴的红色退去	环己烯与溴加成,生成无色的溴代产物: $+ \text{Br}_2$
②与高锰酸钾作用			

2. 合成实验的实验报告

以正溴丁烷的合成为例,格式如下:

实验 x 正溴丁烷

一、目的要求

- (1) 了解从正丁醇制备正溴丁烷的原理及方法；
 (2) 初步掌握回流、气体吸收装置及分液漏斗的使用。

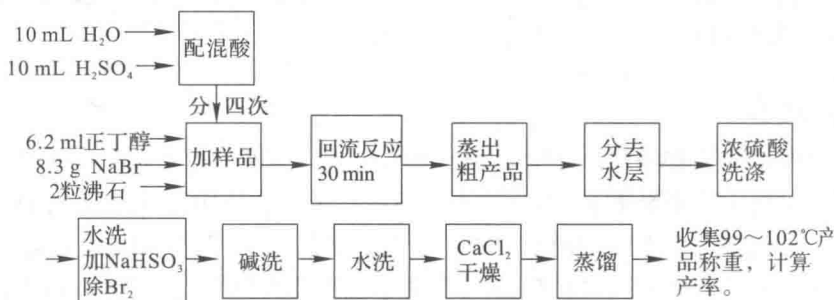
二、反应式

正、副反应

三、主要试剂及产物的物理常数

名称	相对分子质量	性状	折光率	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度/(g/100 mL溶剂)		
							水	醇	醚
正丁醇	74.12	无色透明液体	1.399 320	0.809 8	-89.5	117.2	7.920	∞	∞
正溴丁烷	137.03		1.440 120	1.275 8	-112.4	101.6	不溶	∞	∞

四、实验流程框图



五、实验装置图

略

六、实验步骤及现象

步 骤	现 象 (尽可能详细)
①于100 mL磨口锥形瓶中放10 mL水, 加入10 mL浓H ₂ SO ₄ , 振摇冷却	放热
②加6.2 mL n-C ₄ H ₉ OH及8.3 g NaBr, 加沸石, 摇动	NaBr部分溶解, 瓶中产生雾状气体 (HBr)
③在瓶口安装冷凝管, 冷凝管顶部安装气体吸收装置, 开启冷凝水, 隔石棉网小火加热回流1h	雾状气体增多, NaBr渐渐溶解, 瓶中液体由一层变为三层, 上层开始极薄, 中层为橙黄色, 随着反应进行, 上层越来越厚, 中层越来越薄, 最后消失。上层颜色由淡黄→橙黄
④稍冷, 改成蒸馏装置, 加沸石, 蒸出正溴丁烷	开始馏出液为乳白色油状物, 后来油状物减少, 最后馏出液变清 (说明正溴丁烷全部蒸出), 冷却后, 蒸馏瓶内析出结晶 (NaHSO ₄)
⑤在干燥分液漏斗粗产物用中用3 mL浓H ₂ SO ₄ 洗 10 mL水洗 5 mL饱和Na ₂ CO ₃ 洗 10 mL水洗	产物在上层 (清亮), 硫酸在下层, 呈棕黄色。 产物下层, 乳白色。 产物下层, 乳白色。 二层交界处有絮状物产生又呈乳浊状

步 骤	现 象 (尽可能详细)
⑥将粗产物转入小锥形瓶中, 加1gCaCl ₂ 干燥	开始浑浊, 最后变清
⑦产品滤入50 mL蒸馏瓶中, 加沸石蒸馏, 收集99~102℃馏分	98℃开始有馏出液(3~4滴), 温度很快升至99℃, 并稳定于101~102℃, 最后升至102℃, 温度下降, 停止蒸馏, 冷后, 瓶中残留有约0.5 mL的黄棕色液体
⑧产物称重	得6.0 g, 无色透明

七、产率计算

理论产量: 其他试剂过量, 理论产量按正丁醇计:

$$\frac{1}{0.2} = \frac{1}{0.2}$$

即 $0.2 \times 137 = 27.4$ g 正溴丁烷

八、讨论

(1) 在回流过程中, 瓶中液体出现三层, 上层为正溴丁烷, 中层可能为硫酸氢正丁酯, 随着反应的进行, 中层消失表明丁醇已转化为正溴丁烷。上、中层液体为橙黄色, 可能是由于混有少量溴所致, 溴是由硫酸氧化溴化氢而产生的。

(2) 反应后的粗产物中, 含有未反应的正丁醇及副产物正丁醚等。用浓硫酸洗可除去这些杂质。因为醇、醚能与浓 H₂SO₄ 作用生成烺盐而溶于浓 H₂SO₄ 中, 而正溴丁烷不溶。

(3) 本实验最后一步, 蒸馏前用折叠滤纸过滤, 在滤纸上沾了些产品, 建议不用折叠滤纸, 而在小漏斗上放一小团棉花, 这样简单方便, 而且可以减少损失。

3. 其他形式的实验报告

除性质实验、合成实验之外, 还有分离纯化实验、常数测定实验、天然产物提取实验、对映异构体拆分实验、动力学研究实验等, 其实验报告的格式可以参照合成实验报告的格式填写。但凡是沒有化学反应的实验 (例如天然产物提取实验), 可将“反应式”一栏改为“实验原理”; 凡是沒有产率可以计算的实验 (例如熔点测定实验), 则将“产率计算”一栏删去。

4. 实验报告填写要求

无论是何种格式的实验报告, 填写的共同要求:

- (1) 条理清楚。
- (2) 详略得当。陈述清楚, 又不烦琐。
- (3) 语言准确。除讨论栏外尽可能不使用“如果”“可能”等模棱两可的字词。
- (4) 数据完整。重要的操作步骤、现象和实验数据不能漏掉。
- (5) 实验装置图应避免概念性错误。
- (6) 讨论栏可写实验体会、成功经验、失败教训、改进的设想等。

(7) 真实。无论装置图或操作规程, 如果自己使用的或做的与书上不同, 按实际操作程序记载, 不要照搬书上的, 更不可伪造实验现象和数据。

1.2.4 有机化学实验考核办法

有机化学实验课程为考查课，考核办法采用平时课堂提问、实验出勤、实验技能操作和实验报告四方面进行综合评价，课程考核按优、良、及格和不及格四级评判。成绩评定标准如下：

优秀：高度重视本课程；实验前认真阅读实验内容，查阅有关资料，认真书写预习报告；实验时会正确选择、洗涤仪器，安装调试实验装置，操作规范，记录详细；实验后独立完成实验报告，书写工整、整洁、实事求是，实验结果符合要求；自觉遵守实验纪律和实验室规章制度，全勤，无事故。

良好：对本课程较重视；能按时写好预习报告；在老师指导下正确选择、洗涤仪器，安装调试实验装置，操作较规范，记录较详细；实验后按时完成实验报告，实验结果符合要求；遵守实验纪律和实验室规章制度，全勤，无事故。

及格：对本课程重视程度不够；实验前阅读实验内容不够仔细，预习报告准备不够充分；在老师帮助下能完成实验，独立工作能力较差；实验后能完成实验报告，实验结果基本符合要求；无事假，无重大事故。

不及格：对本课程不重视；实验前不预习；不能独立完成实验，操作不规范；实验后不能按时完成实验报告，实验结果不符合要求；缺勤，有操作事故或责任事故。

1.3 有机化学实验常用的仪器和装置

了解有机化学实验中所用仪器的性能、选用适合的仪器并正确地使用所用仪器是对每一个实验者最起码的要求。

1.3.1 有机化学实验常用的玻璃仪器

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，因此，一般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、冷凝管等。

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标准磨口锥形瓶、烧杯、布氏漏斗、吸滤瓶、普通漏斗等，如图 1.1 所示。常用标准磨口仪器有磨口锥形瓶、圆底烧瓶、三颈瓶、蒸馏头、冷凝管、接收管等，如图 1.2 所示。

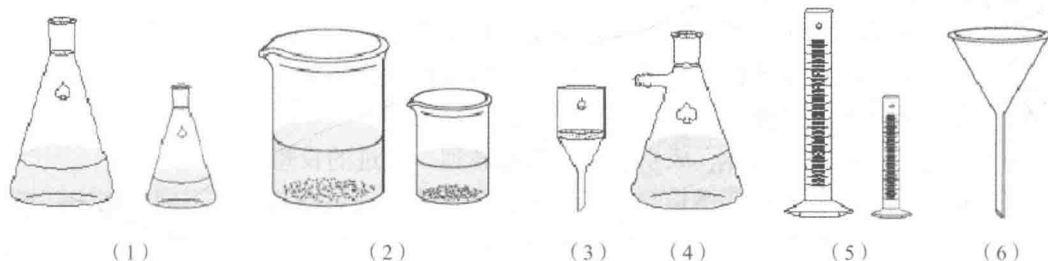


图1-1 常用普通玻璃仪器

(1) 锥形瓶；(2) 烧杯；(3) 布氏漏斗；(4) 吸滤瓶；(5) 量筒；(6) 漏斗

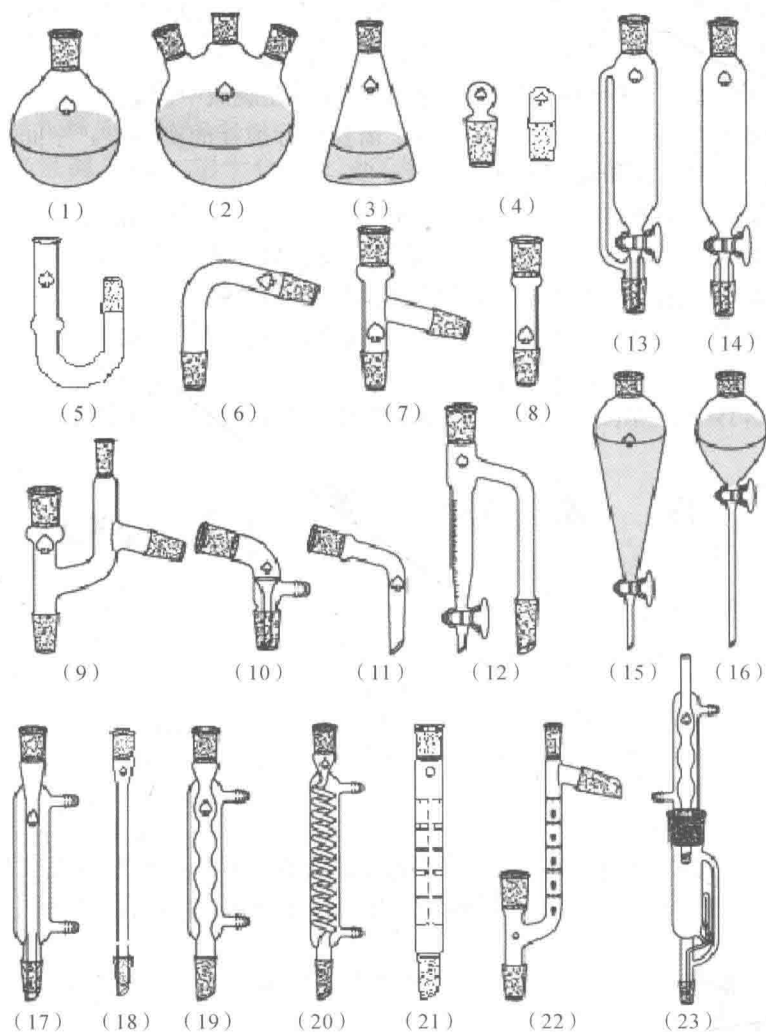


图1.2 常用标准磨口玻璃仪器

(1) 圆底烧瓶；(2) 三口烧瓶；(3) 磨口锥形瓶；(4) 磨口玻璃塞；(5) U 型干燥管；(6) 弯头；(7) 蒸馏头；(8) 标准接头；(9) 克氏蒸馏头；(10) 真空接收管；(11) 弯形接收管；(12) 分水器；(13) 恒压漏斗；(14) 滴液漏斗；(15) 梨形分液漏斗；(16) 球形分液漏斗；(17) 直形冷凝管；(18) 空气冷凝管；(19) 球形冷凝管；(20) 蛇形冷凝管；(21) 分馏柱；(22) 刺形分馏头；(23) Soxhlet 提取器

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，磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意互换，各部件能组装成各种配套仪器。当不同类型规格的部件无法直接组装时，可使用变接头使之连接起来。使用标准磨口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦手续，又能避免反应物或产物被塞子沾污的危险；口塞磨砂性能良好，使密合性可达较高真空度，对蒸馏尤其减压蒸馏有利，对于毒物或挥发性液体的实验较为安全。每一种仪器都有特定的性能和用途。

1. 烧瓶

常见烧瓶如图 1.3 所示。

(1) 圆底烧瓶（见图 1.3 (a)）。能耐热和承受反应物（或溶液）沸腾以后所发生的冲

击震动。在有机化合物的合成和蒸馏实验中最常使用，也常用作减压蒸馏的接收器。

(2) 梨形烧瓶 (见图 1.3 (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 1.3 (c))。最常用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌器，两个侧瓶口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

(4) 锥形烧瓶 (简称锥形瓶，(见图 1.3 (d)))。常用于有机溶剂进行重结晶的操作，或有固体产物生成的合成实验中，因为生成的固体物容易从锥形烧瓶中取出来。通常也用作常压蒸馏实验的接受器，但不能用作减压蒸馏实验的接受器。

(5) 二口烧瓶 (见图 1.3 (e))。常用于半微量、微量制备实验作为反应瓶，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 1.3 (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。

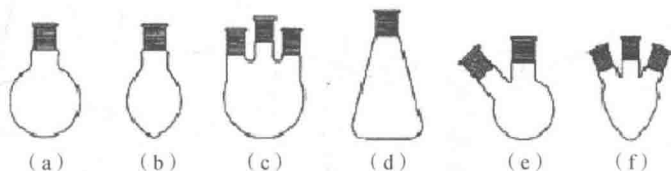


图1.3 烧瓶

(a) 圆底烧瓶；(b) 梨形烧瓶；(c) 三口烧瓶；
(d) 锥形烧瓶；(e) 二口烧瓶；(f) 梨形三口烧瓶

2. 冷凝管

常见冷凝管如图 1.4 所示。

(1) 直形冷凝管 (见图 1.4 (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管的接合处炸裂。微量合成实验中，用于加热回流装置上。

(2) 空气冷凝管 (见图 1.4 (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 1.4 (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。

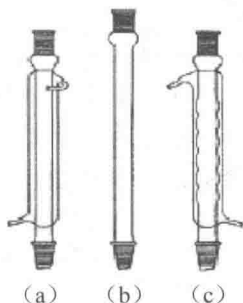


图1.4 冷凝管

(a) 直型冷凝管；(b) 空气冷凝管；(c) 球型冷凝管

3. 漏斗

常见漏斗如图 1.5 所示。

(1) 漏斗(a)和(b): 在普通过滤时使用, 带磨口可用来添加固体原料。

(2) 分液漏斗(c)、(d)和(e): 用于液体的萃取、洗涤和分离; 有时也可用于滴加试剂。

(3) 滴液漏斗(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(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(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(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(j)用于减压过滤少量物质。

(7) 还有一种类似(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。

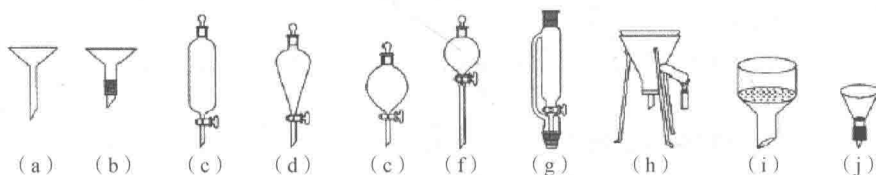


图1.5 漏斗

(a) 长颈漏斗; (b) 带磨口漏斗; (c) 筒形分液漏斗; (d) 梨开分液漏斗; (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

4. 常用的仪器配件

这些仪器配件(见图1.6)多数用于各种仪器连接。标准磨口玻璃仪器, 均按国际通用的技术标准制造。当某个部件损坏时, 可以选购。

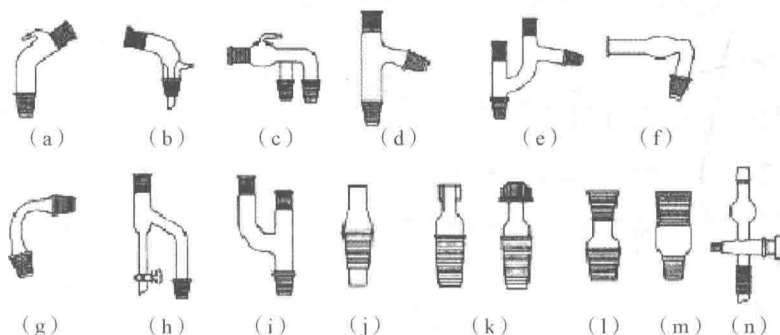


图1.6 常用的配件

(a) 接引管; (b) 真空接引管; (c) 双头接引管; (d) 蒸馏头; (e) 克氏蒸馏头; (f) 弯开干燥管; (g) 75° 弯管; (h) 分水器; (i) 二口连接管; (j) 搅拌套管; (k) 螺口接着; (l) 大小接着; (m) 小大接头; (n) 二通旋塞

标准磨口仪器的每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志, 表明规格。常用的有10号、12号、14号、16号、19号、24号、29号、34号、40号等。标准磨口玻璃仪器的编号与大端直径见表1.10。