

82

062-33

L33

高等学校教材

基础有机化学实验

李明 李国强 杨丰科 主编

化学工业出版社
教材出版中心
·北京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

基础有机化学实验/李明, 李国强, 杨丰科主编.
北京: 化学工业出版社, 2001.7
高等学校教材
ISBN 7-5025-3399-0

I. 基… II. ①李… ②李… ③杨… III. 有机
化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2001) 第 041246 号

高等学校教材

基础有机化学实验

李 明 李国强 杨丰科 主编

责任编辑: 杨 菁

责任校对: 李 林

封面设计: 郑小红

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64918013

[http:// www.cip.com.cn](http://www.cip.com.cn)

*

新华书店北京发行所经销

北京管庄印刷厂印刷

三河市东柳装订厂装订

开本 787×1092 毫米 1/16 印张 9 插页 1 字数 213 千字

2001 年 8 月第 1 版 2001 年 8 月北京第 1 次印刷

印 数: 1—5000

ISBN 7-5025-3399-0/G·915

定 价: 13.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

目 录

第 1 章 有机化学实验基本知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 化学试剂纯度分级	1
1.2.1 化学试剂等级标准	1
1.2.2 中国化学试剂的等级标准	2
1.3 安全基本知识	2
1.3.1 火灾、爆炸的预防及处理	2
1.3.2 中毒事故的预防及处理	3
1.3.3 其他事故的预防及处理	3
1.4 化学实验安全歌	4
1.5 常用玻璃仪器和应用范围	4
1.5.1 玻璃仪器	4
1.5.2 常用玻璃仪器的应用范围	5
1.5.3 标准磨口玻璃仪器	6
1.6 常用有机实验典型装置	6
1.6.1 回流装置	6
1.6.2 气体吸收装置	6
1.6.3 搅拌装置	6
1.6.4 无水无氧操作简单装置	7
1.6.5 低沸点蒸馏装置	8
1.6.6 低熔点固体蒸馏装置	9
1.7 常用仪器的清洗干燥和保养	9
1.7.1 仪器的洗涤	9
1.7.2 玻璃仪器的干燥	9
1.7.3 常用玻璃仪器的保养	10
1.7.4 仪器的装配	10
1.8 加热和冷却	10
1.8.1 加热	10
1.8.2 冷却	11
1.8.3 注意事项	12
1.9 实验预习记录和实验报告的基本要求	12
1.9.1 实验预习	12
1.9.2 实验记录	12
1.9.3 实验报告	12
1.10 常用工具书和参考书	13

1.10.1	常用工具书	13
1.10.2	主要实验参考书	13
1.11	有机化学实验教学法	14
1.11.1	实验教学的地位和作用	14
1.11.2	有机化学实验的目的和任务	14
1.11.3	有机化学实验教学的若干问题初探	15
1.11.4	实验考核及评定方法	16
1.11.5	“开放”教学方式	17
1.11.6	科学作风和科学协作	17
第2章	有机化合物物理常数测定及结构鉴定	19
2.1	熔点测定和温度计校正	19
2.1.1	原理	19
2.1.2	毛细管熔点测定法—又称提勒 (Thiele) 管法	19
2.1.3	温度计的校正	20
2.1.4	其他熔点测法方法	21
2.1.5	实验1 熔点的测定	22
2.2	沸点测定	22
2.2.1	原理	22
2.2.2	实验操作	23
2.2.3	实验2 沸点的测定	23
2.3	折射率的测定	23
2.3.1	原理	24
2.3.2	实验操作	24
2.3.3	实验3 测定乙醇、氯仿、苯的折射率	26
2.4	旋光度的测定	26
2.4.1	原理	26
2.4.2	测定方法	27
2.4.3	实验4 比旋光度的测定	27
2.5	红外光谱 (IR)	28
2.5.1	基本原理	28
2.5.2	试样制备方法	29
2.5.3	实验5 苯甲酸红外吸收光谱的测绘——KBr 压片法	29
2.6	核磁共振氢谱测试分析实验	30
2.6.1	实验目的	30
2.6.2	实验原理	30
2.6.3	实验仪器及药品	31
2.6.4	实验步骤	32
2.6.5	结果处理	33
第3章	有机组分的分离、纯化和提纯	35
3.1	蒸馏	35

3.1.1	原理	35
3.1.2	装置	35
3.1.3	操作	36
3.1.4	特殊蒸馏—易凝固物质的蒸馏装置	36
3.1.5	实验 6 工业乙醇的蒸馏	36
3.2	简单分馏	36
3.2.1	原理	37
3.3.2	仪器与装置	37
3.2.3	实验操作	37
3.2.4	实验 7 丙酮—水混合物的分馏	38
3.3	水蒸气蒸馏	39
3.3.1	基本原理	39
3.3.2	实验操作	39
3.3.3	改进的水蒸气蒸馏装置	40
3.3.4	实验 8 苯甲醛的水蒸气蒸馏	41
3.4	减压蒸馏	41
3.4.1	基本原理	41
3.4.2	操作步骤	42
3.4.3	实验 9 乙酰乙酸乙酯的蒸馏	46
3.4.4	实验 10 苯甲醛、呋喃甲醛和苯胺的蒸馏	46
3.5	重结晶	46
	实验 11 乙酰苯胺的重结晶	48
3.6	升华	48
3.6.1	基本原理	48
3.6.2	实验操作	49
3.7	干燥和干燥剂	50
3.7.1	基本原理	50
3.7.2	干燥方法	50
3.8	萃取与洗涤	52
3.8.1	基本原理	52
3.8.2	液-液萃取	53
3.8.3	液-固萃取	54
3.9	薄层色谱法	55
3.9.1	原理	55
3.9.2	实验操作	56
3.9.3	特殊薄层	58
3.10	柱色谱	59
3.10.1	柱层析操作技术	59
3.10.2	实验 12 多组分化合物的分离方案设计及实践	60
	实验 13 APC 药片的薄层色谱	60

实验 14 菠菜叶素色的柱层析分离	61
第 4 章 经典合成实验	62
4.1 香料中间体: 玟烯 (消除反应)	62
4.2 正溴丁烷 (亲核取代反应)	63
4.3 3-溴代环己烯 (游离基取代反应)	64
4.4 植物生长调节剂: 2,4-二氯苯氧乙酸 (亲电取代反应)	65
4.5 三苯基甲醇 (格氏试剂与亲核加成)	66
4.6 香料添加剂: β -萘乙醚 (Williamson 反应)	68
4.7 甜味香料: 二苯甲酮 (Friedel-Crafts 反应)	69
4.8 电镀添加剂: 4-苯基-3-丁烯-2-酮 (交叉羟醛缩合)	71
4.9 乙酸乙酯 (酯化反应一)	71
4.10 乙酸正丁酯 (酯化反应二)	73
4.11 阿司匹林: 乙酰水杨酸 (酯化反应三)	74
4.12 增塑剂: 邻苯二甲酸二丁酯	76
4.13 糠酸: 呋喃甲酸和呋喃甲醇 (Cannizzaro 反应)	78
4.14 乙酰乙酸乙酯 (Claisen 酯缩合)	79
4.15 香料: 香豆素 (Perkin 反应)	81
4.16 食品防腐剂: 苯甲酸的制备 (氧化反应)	83
4.17 染料, 指示剂: 甲基橙 (重氮化与偶氮化)	84
4.18 3,6-氧桥-1,2,3,6-四氢苯-1,2-二甲酸酐 (Diels-Alder 反应)	86
4.19 医药中间体: 8-羟基喹啉 (Skraup 反应)	87
4.20 染料中间体: 邻氨基苯甲酸 (Hofmann 重排)	88
4.21 相转移催化剂: 三乙基苄基氯化铵	90
4.22 7,7-二氯二环[4,1,0]庚烷 (相转移催化)	91
4.23 聚合物: 脲醛树脂 (聚合反应)	92
第 5 章 序列合成实验	96
5.1 染料中间体	96
5.1.1 硝基苯	96
5.1.2 苯胺	97
5.1.3 乙酰苯胺	98
5.1.4 对硝基苯胺	99
5.2 官能团保护: 4,4-二苯基-3-丁烯-2-酮	100
5.2.1 α -甲基- α -乙酸乙酯基-1,3-二氧茂烷	101
5.2.2 4,4-二苯基-4-羟基-2-丁酮的缩酮	101
5.2.3 4,4-二苯基-3-丁烯-2-丁酮	102
5.3 有机合成中间体: 1,4-二苯基-1,3-丁二烯 (Wittig 反应)	102
5.3.1 肉桂醛的制备	103
5.3.2 苄基三苯基磷氯化物的制备	104
5.3.3 1,4-二苯基-1,3-丁二烯 (DPB) 的制备	104
5.4 昆虫信息素: 2-庚酮	105

5.4.1	正溴丁烷	105
5.4.2	乙酰乙酸乙酯	105
5.4.3	正丁基乙酰乙酸乙酯	105
5.4.4	2-庚酮	106
附录 I		108
附录 II	常用有机溶剂的纯化.....	109
附录 III	该书中常用化合物的物理常数.....	115
附录 IV	各类化学基团的红外光谱特征吸收.....	120
附录 V	常见化合物(RY)的质子化学位移(δ)	132

第 1 章 有机化学实验基本知识

有机化学是以实验为基础的学科，重视和学好这门课程，对于培养人才起着十分重要的作用，为了保证实验安全顺利进行，培养学生良好实验习惯和严谨的科学态度，在学生进入实验室之前，一定要认真学习和掌握好有机化学实验的基本知识。

1.1 有机化学实验室规则

① 实验之前应认真预习有关实验内容，明确实验意义和所需解决问题，安排好实验计划，写好预习报告。

② 熟悉实验室的安全常识及设备的使用方法；爱护公物。

③ 必须严格遵守实验室纪律和各项规章制度，不准迟到，更不准擅自离岗。

④ 严格按照操作规程进行实验，胆大心细，听从实验教师和工作人员的指导，发生意外事故，要镇定自若，不要惊慌失措，及时采取应急措施，并立即报告指导教师。

⑤ 实验中应仔细观察，科学地、如实地做好实验记录，实验结束后记录本须经教师审阅后方可离开实验室。

⑥ 始终保持实验室的整洁和安静，做到桌面、地面、水槽、仪器“四净”，不得随意乱丢纸屑、药品、火柴棍和沸石等废弃物品。

⑦ 轮流值日，值日生负责打扫和整理实验室，清倒废物缸，关好水、电、煤气和门窗，经教师检查后方可离去。

1.2 化学试剂纯度分级

1.2.1 化学试剂等级标准

不同等级的同一试剂，其质量是不同的，即便是同一等级的同一试剂，由于生产的国家、厂家、组织等不同，试剂的质量也不同。为了便于交流，必须建立统一的标准。国际标准化组织（简称 ISO）第 47 技术委员会于 1968 年在柏林召开的第八次代表大会，决定建立 16 个“化学分析试剂”小组，委托他们制定化学试剂标准和检验方法标准。但至今未拿出一个正式的，各国都承认的标准。故现在仍是每个国家各行其是，自搞一套。

美国 现行有四种标准：

① 约·罗逊的“化学试剂及其标准”（Chemical reagent and standard）

② 美国化学会标准（C.A.S. Analytical Reagents）

③ 美国药物标准

④ 厂订标准

德国 默克标准，以默克公司出版的《化学试剂纯度分析》为标准

英国 BDH（British Drug House）公司，霍普金和威廉公司实行“阿纳拉实验室用化学药品标准”（Analar standards for Laboratory chemicals）

中国

① “化学试剂国家标准”（GB）

② 原化工部“部颁化学试剂标准”(HG)

③ 原化工部“部颁化学试剂暂行标准”(HGB)

1.2.2 中国化学试剂的等级标准

中国化学试剂的等级标准有7种,即高纯、光谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯和化学纯。而国家和主管部门颁布具体指标的要求只有后3种。

优级纯,即一级品,适用于精密分析和科学研究工作。

分析纯,即二级品。纯度较一级略低,适用于重要分析工作。

化学纯,即三级品。纯度与二级品相差较大,适用于工矿、学校的一般分析工作。

因为不同等级的试剂其标签的颜色不同,参见表1-1(中国化学试剂等级标志),因此,只要看好标签的颜色就可以判断试剂的级别。

表 1-1 中国化学试剂等级标志

级 别	一级品	二级品	三级品	四级品(实验试剂)	生物试剂
中文标志	GR	AR	CP	LR	BR 或 CR
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色或其他颜色	黄色或其他色

在文献资料和进口的化学试剂方面,有的等级与中国现行等级不太一致,为了使用方便,今把国内外化学试剂的分级标准作一对照。参照表1-2(国内外化学试剂的几种分级对照)。

表 1-2 国内外化学试剂的几种分级对照

国 别	1	2	3	4	5
中国	一级品 保证试剂 优级纯(AR)	二级品 分析试剂 分析纯(AR)	三级品 化学纯(CP)	实验试剂	生物试剂(BR)或(CR)
欧美日等国	GR	AR	CP		
俄罗斯等国	化学纯(XЧ)	分析纯(ЧЛА)	纯(Ч)		
意大利	分析试剂(R.P.) 特殊试剂(R.S.)	LAB	纯(R)		

1.3 安全基本知识

有机化学实验中所用药品种类繁多,且多具有易燃、易爆、有毒和强腐蚀性,若使用不当,就可能“引发”着火、爆炸、中毒、烧伤等事故。同时,实验中使用的玻璃仪器、煤气、电器等,因本身性质也增加了实验中一些潜在的危险性。但是,如果实验者懂得实验基本常识,掌握正确的操作方法,就能有效的维护人身和实验室的安全,避免事故的发生,确保实验顺利进行。

1.3.1 火灾、爆炸的预防及处理

预防火灾、爆炸的发生需注意以下几点。

① 防火基本原则:使火源尽可能远离易燃品。

② 明确防火基本原则后,就应避免着火事故的发生。例如,盛有易燃溶剂的容器不靠近火源,应妥善保管;切勿用广口容器盛装和加热;尽量避免使用明火加热;数量较多的易燃品宜放在危险药品柜内;回流、蒸馏液体时,应加沸石防止暴沸,不可向热溶剂中加沸石,同时,切忌使装置形成密封体系,一定要与大气相通。

③ 实验开始前应该检查仪器是否完好无损,装置是否“稳、妥、端、正”。注意检查装置的接口处是否漏气。

④ 减压蒸馏时，应使用耐压容器如圆底烧瓶或抽滤瓶作接受器，不可使用锥形瓶。高压操作应经常注意釜内压力有无超过安全负荷。

⑤ 使用易燃、易爆气体（如乙炔和氢气）时，应保持室内空气通畅，严禁明火操作。

⑥ 其他类型的化合物，如过氧化物，叠氮化合物，多硝基化合物，干燥的重氮盐等具有爆炸性，使用时需要严格遵守操作规程。有些化合物，如醚类，久置后会生成过氧化物，需经特殊处理后方能使用。在蒸馏过程中切忌蒸干。金属钠、氢化铝锂在使用时切勿遇水，否则会发生燃烧，甚至爆炸。

⑦ 要经常检查煤气开关，煤气橡皮管及煤气灯是否完好。

一旦发生火灾，应保持沉着、冷静、不要惊慌失措。应先关闭火源，拉下电闸，并迅速移去着火现场的易燃物。

有机物着火，通常不能用水扑灭，否则会使火焰蔓延，无异于“火上浇油”。而常采用使易燃物隔绝空气的办法，小火可使用湿布或棉布盖灭，决不能用口吹，若火势较大应根据具体情况采用相应的灭火器材。但无论使用哪一种灭火器材，都应从火的四周开始向中心喷射，把灭火器对准火焰的底部。若衣服着火，切勿乱跑。小火可小心将衣服脱下将火熄灭，或用石棉布覆盖着火处。较严重时，应躺在地上打滚或用防火毯紧紧裹住使火闷熄。一定要注意避免让火烧向头部。烧伤严重时立即送医院治疗。

1.3.2 中毒事故的预防及处理

有机溶剂除易燃、易爆外，其另一特性就是毒性。例如，许多含氯有机物累积于人体内使肝脏变质，引起肝硬化。经常接触苯或芳烃可能会造成白血病，乙醚是良好的麻醉剂，吡啶能使人暂时乏力。曾有人说过：“有机溶剂的危险性与硫酸之类的腐蚀性不相上下，但有机溶剂以别的更为隐蔽的方式显示其危险性。”在明确某些有机物的毒性后，就应该学会预防。可以肯定地说：“在正规、小心的操作下，有机溶剂不会造成任何健康问题”。

中毒的预防应注意以下几点。

① 有毒的药品应认真操作，妥善保管，不许乱放，并有专人负责收发。实验完毕后的有毒残渣应妥善处理，不得乱丢！

② 挥发性有毒药品，使用时一定要在通风橱内进行。取完药品后应该随时盖上瓶盖。

③ 应最大限度的减少与有毒药品的接触，尤其是直接接触，使用时应带橡皮手套。切勿让毒品接触伤口。坚决杜绝在实验室内吃东西。

④ 实验时如有头晕、恶心等中毒症状，应立即到空气新鲜的地方休息，严重者到医院治疗。万一发生中毒事故，宜具体问题具体分析。

1) 皮肤接触：宜用酒精擦洗，然后用肥皂和大量水洗。

2) 吞下强酸：先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶。

3) 吞下强碱：先饮大量水，然后服用醋酸果汁、鸡蛋白、牛奶。

不论酸、碱中毒，都不要吃呕吐剂。

4) 气体中毒：将患者移出室外，解开衣领及钮扣。若吸入少量氯、溴、氯化氢等气体者，可用碳酸氢钠漱口。

1.3.3 其他事故的预防及处理

① 割伤是实验室中经常发生的事故。常在拉制玻璃管或安装仪器时发生。当割伤时，首先将伤口处玻璃屑取出，用水洗净伤口，涂以碘酒或红汞药水，用纱布包扎，严重者送医院治疗。

② 强酸、强碱等腐蚀性化学品触及皮肤时可引起皮肤烧伤，因此在使用时宜多加小心。

万一被酸、碱或溴烧伤，应立即用大量水洗，然后在根据不同情况分别处理：

浓酸烧伤：用3%~5%碳酸氢钠溶液洗涤，涂烫伤药膏。

浓碱烧伤：用1%~2%硼酸或醋酸溶液洗涤，最后再用水洗。

溴烧伤：用酒精擦至无溴液，然后涂上甘油或烫伤油膏。

③ 使用电器时，应先检查实验装置或设备的金属外壳是否接好地线，插头接线是否完好，电线是否磨损。使用时先插上插头，接通电源，再开启仪器开关。实验过程中应防止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带电体。实验完毕后，先切断电源，再拔下插头。万一触电，应立即拉下电闸，切断电源，或用不导电物使触电者与电源隔离，然后对触电者进行人工呼吸并急送医疗单位抢救。

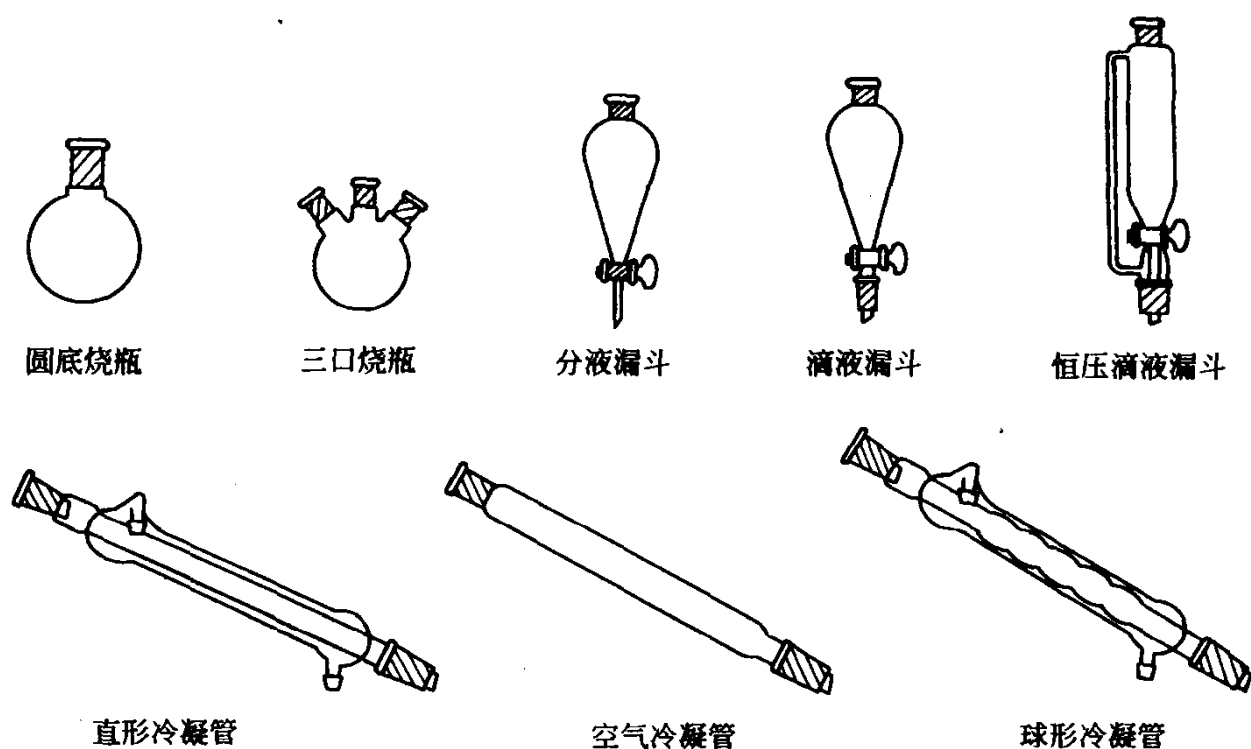
1.4 化学实验安全歌

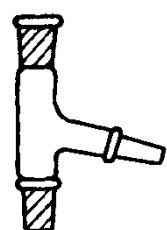
水火无情，人命关天，安全第一，牢记心田。明火加热，通风在先。高压气瓶，放稳放远。一防水患，二防火险，三防爆炸，四防触电。氢气钢瓶，操作要严。家用冰箱，不适实验。实验之前，准备在先，防护用品，一应俱全。箱内容器，一定要严，要放平稳，务贴标签。实验之中，不得擅离，及时观察，预防突变。剧毒试剂，专人领取，金属钾钠，存放专点。短暂离开，同伴照看，尤应注意，停水停电。各种溶剂，勿存太多，存于阴处，入夏犹然。加热过夜，最是危险，却需如此，要五保险；残渣废液，不可入池，分门别类，各归其天。调压变压；使用继电；硅油热包，用作热源；实验室内，保持整洁，不能用膳，不准抽烟。不开冷水，不准回流；温度恒定，方可安眠。最后离室，是个关键，水电气窗，闸销复原。用水注意，水管紧连，水量勿猛，下班拔管。灭火用具，经常检查，急救药品，常备手边。使用电器，先查电线，防止短路，防止漏电。遇有险情，先断电源，报警号码，随处可见。慎用煤气，小心引燃，远离溶剂，远离实验。此歌唱完，认真实践，胆大心细，永保安全。

摘自《大学化学》，1992，7（5）：51

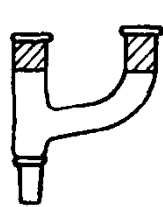
1.5 常用玻璃仪器和应用范围

1.5.1 玻璃仪器

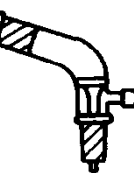
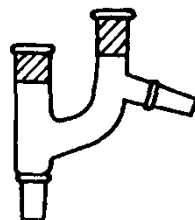




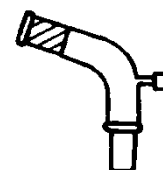
蒸馏头



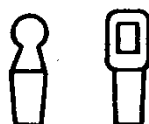
克氏蒸馏头



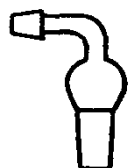
真空接引管



接引管



磨口塞



导气接头



大小头



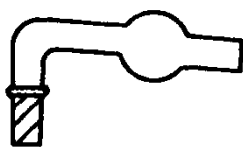
小大头



温度计套管



弯头



干燥管



烧杯



锥形瓶



抽滤瓶



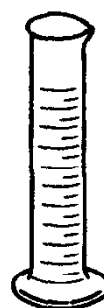
长颈玻璃漏斗



短颈玻璃漏斗



布氏漏斗



量筒



刺形分馏柱

1.5.2 常用玻璃仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备注
圆底烧瓶	用于反应，回流、加热和蒸馏	
三口烧瓶	用于反应，三口可分别安装温度计、机械搅拌	
球形冷凝管	用于回流	
直形冷凝管	蒸馏或回流	140℃ 以下
空气冷凝管	蒸馏或回流	150℃ 以上
弯头	用于常压蒸馏，替代蒸馏头	
蒸馏头	用于蒸馏	
克氏蒸馏头	用于减压蒸馏	
尾接管（接引管）	用于蒸馏	
真空接引管	用于减压蒸馏	
刺形分馏柱	用于分馏	
温度计套管	由于套接温度计蒸馏	
梨形分液漏斗	用于分离、萃取、洗涤	
恒压分液漏斗	用于体系内有压力、可顺利加料	
大小头（小大头）	用于连接不同型号磨口仪器	
空心玻塞（磨口塞）	用于磨口瓶的塞子	
布氏漏斗	用于减压抽滤	磁质

仪器名称	应用范围	备注
抽滤瓶	用于减压抽滤	不能直接用火加热
干燥管	装干燥剂用	
短颈玻璃漏斗	用于热过滤	
长颈玻璃漏斗	用于普通过滤或热滤	
锥形瓶	用于储存液体, 混合溶液及小量液体的加热	不能用于减压蒸馏

1.5.3 标准磨口玻璃仪器

标准磨口仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器, 由于口塞尺寸具有标准化、系列化和通用化的特点, 所以使用起来尤为方便。

标准磨口玻璃仪器, 均按国际通用技术标准制造, 使用亦十分普遍。为了使用不同容量的玻璃仪器, 特有不同型号的标准磨口。常用的标准磨口规格为 10、14、19、24、29、34、50 等多种。这里的数字指磨口最大端直径的毫米数, 表明规格。有的标准磨口玻璃仪器用两个数字表示, 如 10/30, 10 表示磨口大端的直径为 10mm, 30 表示磨口的高度为 30mm。相同数字的内外磨口可以互相套用。若两磨口编号不同, 可借助大小头使其紧密相连。

使用磨口仪器可免去选塞、打孔等手续, 又可避免因软木塞、橡皮塞不洁带来的污染。但使用时, 需注意以下事项。

- ① 磨口表面必须清洁, 否则, 磨口对接不紧, 导致漏气, 同时, 损坏磨口。
- ② 使用磨口时一般不需涂润滑剂以免玷污产物。若反应中使用强碱, 则需涂润滑剂以防粘结。减压蒸馏时, 由于其所需真空度较大, 宜在磨口处涂少许真空脂。
- ③ 装配时, 宜注意“稳、妥、端、正”四字, 使磨口连接处不受歪斜的压力, 否则, 常易将仪器折断。
- ④ 实验完毕, 立即将仪器拆、洗干净。否则对接处常会粘牢, 以致拆、卸困难。

1.6 常用有机实验典型装置

进行有机化学实验, 首先应学会装配仪器。有机实验装置应根据不同的要求, 利用磨口仪器或普通仪器进行组装, 装配原则: 先下后上, 从左到右。

下面是一些典型的有机化学实验装置图。

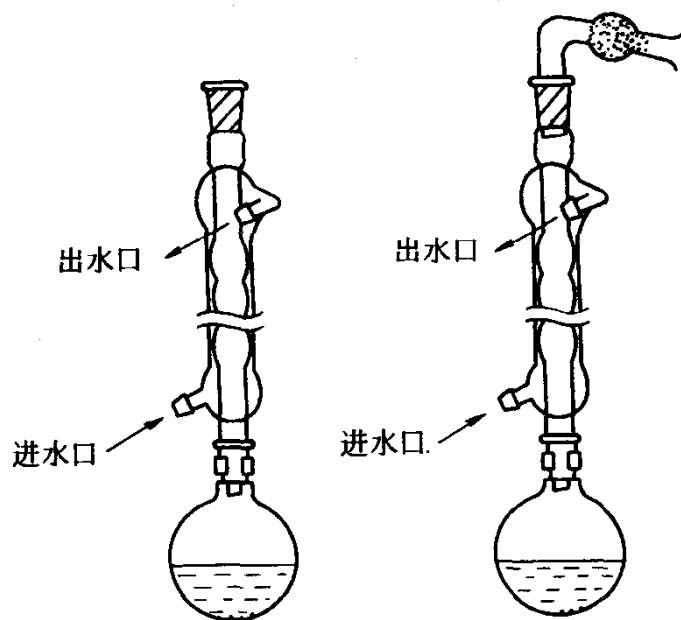


图 1-1 回流装置

1.6.1 回流装置

有机反应的加热沸腾, 重结晶样品溶解, 都需要采用回流装置, 以防蒸气逸出。以下是几种常见回流装置。如图 1-1。

1.6.2 气体吸收装置

主要用于吸收反应过程中产生的有刺激性和水溶性气体。气体吸收装置常采用下列方法之一。如图 1-2。

1.6.3 搅拌装置

主要用于非均相体系或反应物之一需要逐滴加入——使反应迅速混合, 避免因局部过浓过热而产生副反应。常见的搅拌装置如图 1-3。

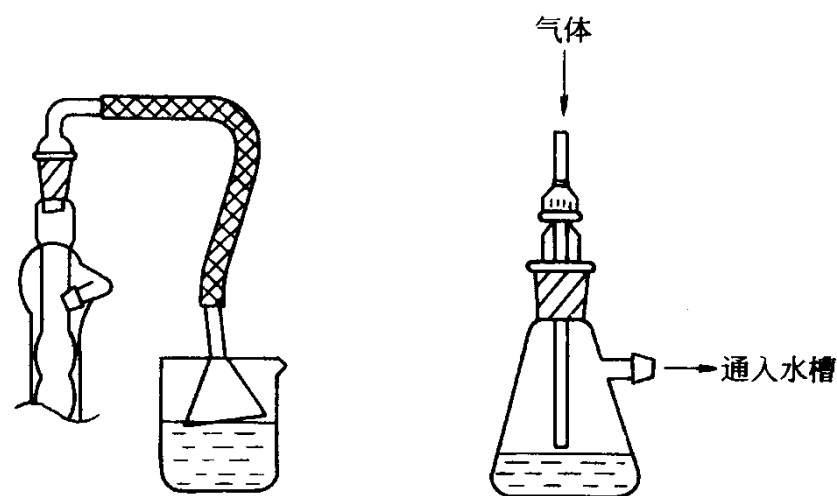


图 1-2 气体吸收装置

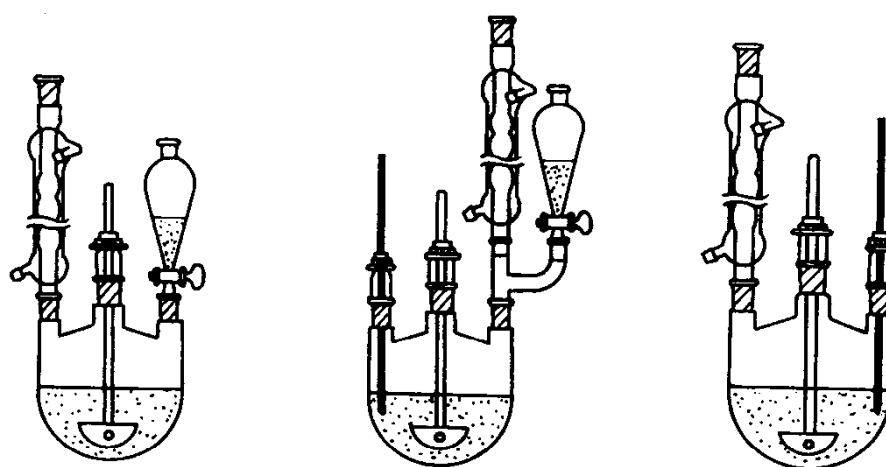


图 1-3 搅拌装置

1.6.4 无水无氧操作简单装置

对空气水汽等敏感的化学物质，不但种类很多且具有反应活性，因而往往采用无水无氧操作技术，以便能顺利的得到不易制备或分离的产物。下面是几种常见的无水无氧简单操作装置，如图 1-4。

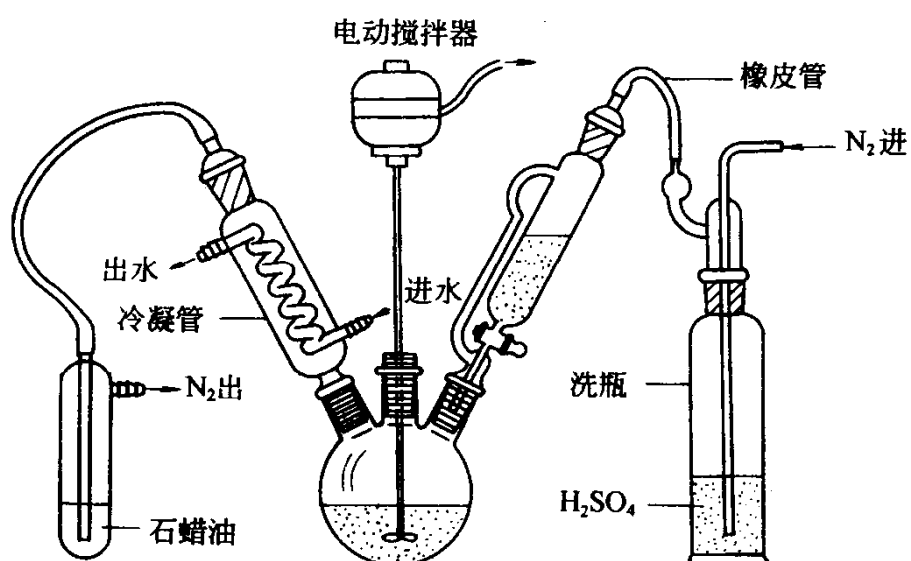


图 1-4(a) 无水无氧机械搅拌装置

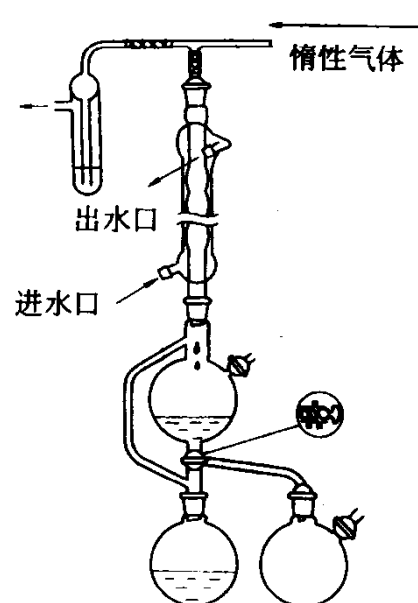


图 1-4(b) 无水无氧溶剂处理装置

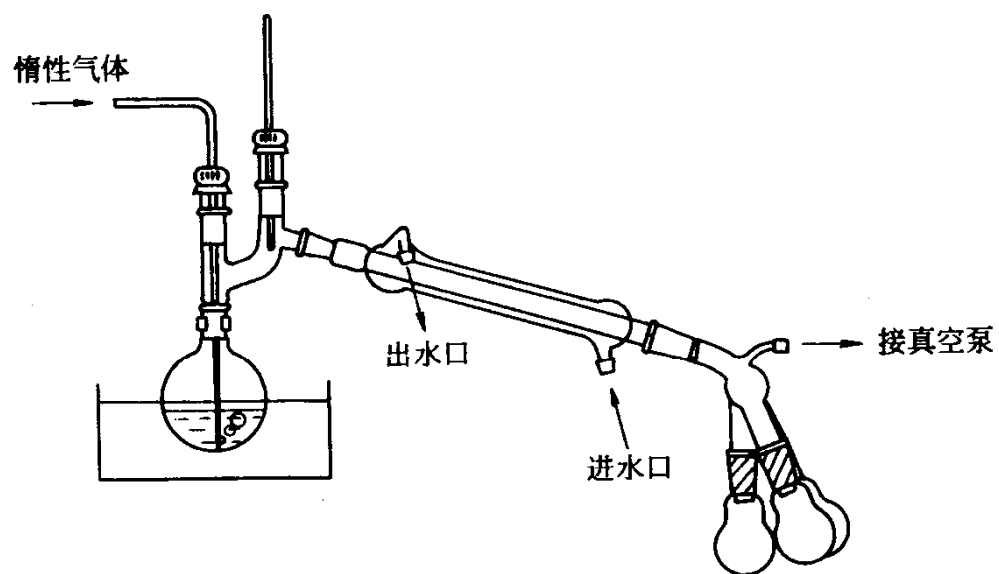


图 1-4(c) 无水无氧减压蒸馏装置

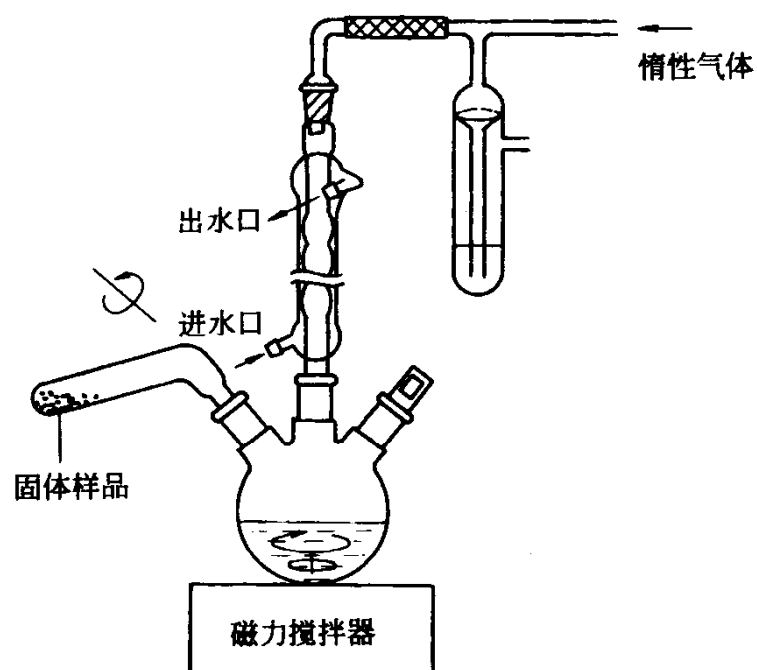


图 1-4(d) 无水无氧磁力搅拌装置

1.6.5 低沸点蒸馏装置

如图 1-5。

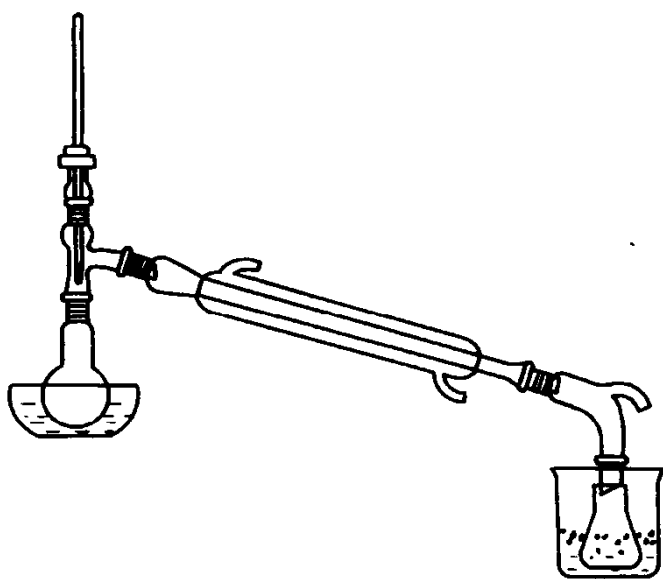


图 1-5 低沸点液体蒸馏装置

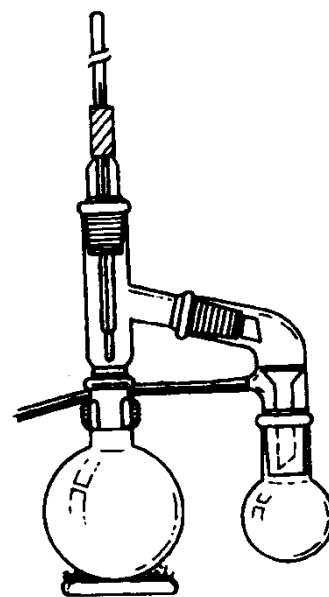


图 1-6 低熔点固体蒸馏装置

1.6.6 低熔点固体蒸馏装置

如图 1-6。

1.7 常用仪器的清洗干燥和保养

1.7.1 仪器的洗涤

清洁的实验仪器是实验成功的重要条件，也是化学工作者应有的良好习惯，清洗的目的是为了避免杂质进入反应体系，确保实验顺利进行。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗。刷子是特制的，如试管刷、烧杯刷、冷凝管刷等。若用上述物质难以洗净时，则可根据污垢的性质采用适当的洗液或其他方法进行洗涤。

(1) 铬酸洗液

这种洗液氧化能力很强，对有机污垢破坏力很大，可洗去炭化残渣等有机污垢。铬酸洗液的配制方法：在一个 250mL 烧杯中，把 5g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 5mL 水中，然后搅拌慢慢加入浓硫酸 100mL，混合液温度逐渐升高到 70~80℃，待混合液冷却至约 40℃ 时，倒入干燥的磨口严密的细口试剂瓶中保存。铬酸本身呈红棕色，若经长期使用，洗液变成绿色时，表示已失效。

(2) 盐酸

可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

(3) 碱液和合成洗涤剂

配成浓溶液即可。用以清洗油脂和一些有机物（如有机酸）。

(4) 有机溶剂洗涤液

工业碱的工业酒精溶液常常是洗涤有机污垢的良好洗涤液。由于有机溶剂价值较高，同时存在一定的危险性，只在特殊条件下可使用。

(5) 超声波

有机实验中常用超声波清洗器来洗涤玻璃仪器，其优点是省时又方便。只要把用过的仪器放在配有洗涤剂的溶液中，接通电源，利用声波的振动和能量，即可达到清洗仪器的目的。

上述方法清洗过的仪器，再用自来水冲洗干净即可。

器皿是否清洁的标志是：加水倒置，水顺着壁流下，内壁被水均匀润湿有一层既薄又均匀的水膜，不挂水珠。

1.7.2 玻璃仪器的干燥

进行实验时，不仅需要清洁的仪器，同时，还需将仪器进行干燥。因此，洗涤和干燥玻璃仪器是进行实验的一个良好习惯。干燥玻璃仪器的方法有以下几种。

(1) 自然风干

将洗净仪器倒置或放在干燥架上自然风干。

(2) 烘干

把玻璃仪器从上层至下层放入烘箱，器皿口朝上，烘箱内温度保持 100~110℃，约半小时待烘箱内温度降至室温时取出即可。也可放在气流烘干器上进行干燥。

(3) 吹干

有时仪器洗涤后需立即使用，为了节省时间，可用少量低沸点水溶性有机溶剂淋洗后用

电吹风吹冷风，待稍干后再吹热风使干燥完全（直接吹热风有时会使有机蒸气爆炸），然后再吹冷风使仪器冷却。

1.7.3 常用玻璃仪器的保养

有机实验中，常用的玻璃仪器分为两类，一类为普通玻璃仪器，另一类为标准磨口玻璃仪器。由于多数学校已使用标准磨口仪器，所以这里我们主要以此作介绍。

玻璃仪器，尤其是磨口玻璃仪器，虽然使用方便，但其价格较贵，因此，实验者应小心对待，应该明确，万有引力对它们每时每刻均在起作用，所以要轻拿轻放，拿稳、放稳，否则会造成不必要的损失。

正是由于玻璃仪器易碎，因此掌握其性能、保养等方法是很有必要的。

(1) 温度计

温度计水银球部分玻璃较薄，容易打碎，因此，使用时应十分小心。应注意“四不”原则。

- ① 不能用温度计作搅拌棒。
- ② 不能测量超过其范围的温度。
- ③ 不能长时间放在高温溶剂中。
- ④ 不能在高温溶剂中久置后立即用冷水冲洗。

(2) 冷凝管

冷凝管通水很重，所以宜将夹子夹在冷凝管重心处，以免翻倒。通水时，切忌水开的太大、太猛。140℃以上不宜使用直形冷凝管，而宜用空气冷凝管。

(3) 分液漏斗

分液漏斗的活塞和盖子是磨口的，且为原配，不得随意互换。需要强调的是，分液漏斗用完后，一定要在活塞和盖子的磨口间垫上纸片，否则，难以打开。

(4) 锥形瓶和平底烧瓶

锥形瓶和平底烧瓶不耐压，坚决杜绝用于减压操作中。厚壁容器不耐热，千万不要用明火加热。

1.7.4 仪器的装配

仪器安装的正确与否，对于实验的成败关系很大。

① 安装时，首先选好主要的仪器，按照“先下后上，从左到右”的原则，拆卸时方向相反。

② 仪器的装配宜做到“稳、妥、端、正”。

稳——稳固牢靠；妥——妥善安装，消除一切不安全因素；端——准确端正，横平竖直；正——正确使用和选择仪器。

③ 装配仪器最基本原则切忌对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

1.8 加热和冷却

1.8.1 加热

为了提高化学反应速度，通常需要对反应体系进行加热。在有机化学实验中，许多基本操作如回流、蒸馏等都要用到加热。

有机化学实验室中常用的热浴有煤气灯、酒精灯、电热套、封闭电炉等。一般来说，玻璃仪器不能用火直接加热，因为强烈的温度变化和受热不均匀都会造成玻璃仪器的损坏，同时，由于局部温度过高，还可能引起有机化合物的分解。为了避免直接加热可能带来的弊