

全国高等学校配套教材

供基础、临床、预防、口腔医学类专业用

有机化学实验

主 编 陆 阳

教材

主 编 陆 阳

编 者 (以姓氏笔画为序)
王 欣 (北京大学医学部)

王 津 (福建医科大学)

王学东 (潍坊医学院)

戈盛京 (广西医科大学)

朱 莹 (首都医科大学)

李 莉 (新疆医科大学)

李发胜 (大连医科大学)

杨丽敏 (上海交通大学医学院)

陆 阳 (上海交通大学医学院)

陆 阳 (上海交通大学医学院)

人民卫生出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/陆阳主编. —北京: 人民卫生出版社,
2008. 5

ISBN 978-7-117-10105-9

I. 有… II. 陆… III. 有机化学—化学实验—医学院校—
教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 048972 号

主 编 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

(清华大学化学系) 陆 阳

有机化学实验

主 编: 陆 阳

出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 010-67616688)

地 址: 北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

邮 编: 100078

网 址: <http://www.pmph.com>

E - mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-67605754 010-65264830

印 刷: 北京市燕鑫印刷有限公司 (万通)

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 6.75

字 数: 155 千字

版 次: 2008 年 5 月第 1 版 2008 年 5 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 978-7-117-10105-9/R · 10106

定 价: 12.00 元

版权所有, 侵权必究, 打击盗版举报电话: 010-87613394

(凡属印装质量问题请与本社销售部联系退换)

前 言

根据全国高等医药教材建设研究会和卫生部教材办公室对高等学校临床医学专业五年制第七轮规划教材修订的要求,我们编写了《有机化学实验》,本书是吕以仙主编的《有机化学》(第7版)的配套教材。

本教材由上海交通大学医学院、北京大学医学部、首都医科大学、大连医科大学、广西医科大学、福建医科大学、新疆医科大学和潍坊医学院联合编写。编者们在多年有机化学实验教学的基础上,参考目前国内外同类教材,编写了本教材。本教材的实验内容突出医学特色,应用现代的实验技术和手段,注重有机化学与生物学、药学的结合,本着环保和实用的原则,力求能适应现代医学教育在知识结构和实验技能培养上的需要。

为了便于实验教学,本教材按照基本操作技术、物理常数测定及模型操作实验、化学性质实验、合成及提取实验和综合性实验五个部分进行编排,共选编了23个有机化学实验。其中制备性实验包括有机合成和天然活性成分的分离提取;综合性实验将有机化学反应、合成、分离、提纯、物理常数测定和波谱鉴定等技能综合应用,有利于学生在有机化学方面的实践能力和思维能力的培养。各院校可根据本校的有机化学教学需要和本单位有机化学实验室的实际情况,在有机化学实验的安排中,对本教材提供的实验进行取舍。

计算机化学软件是当今绘制有机化合物结构的基本手段,同时也为有机物结构研究提供了新的平台。本教材将计算机模型作业选编为实验内容之一,使学生通过熟悉 Chem-Draw 和 Chem3D 的基本操作,掌握有机物结构的绘制和立体结构的观察基本方法。

本教材在每个实验前都列出了所需器材、药品和试剂以及与本实验相关实验试剂的配制方法,为实验室技术人员的实验准备工作带来便利。附录中给出实验的参考学时数,供安排教学时参考。

本教材的实验内容均经过参编教师试做,具有可操作性。

本教材的编写和出版得到了参编院校领导的关心和支持,在此深表谢意。

限于编者水平,书中难免有不妥之处,诚请广大师生和读者批评指正。

主 编

2008年3月

目 录

第一章 绪论	1
一、有机化学实验要求	1
二、实验室规则	1
三、常见事故的预防和处理	2
四、急救常识	3
五、废弃物的处理	3
第二章 基本操作技术	4
一、玻璃仪器的洗涤及干燥	4
二、煤气灯的使用和玻璃加工	5
三、加热与冷却	9
四、蒸馏和回流	11
五、重结晶和过滤	19
六、萃取	22
七、干燥	26
八、升华操作	31
第三章 物理常数测定及模型操作实验	32
一、熔点和沸点测定	32
二、液体化合物折光率的测定	38
三、旋光度的测定	40
四、色谱分析	43
五、计算机模型作业	49
六、模型作业	52
第四章 化学性质实验	55
一、有机化合物元素定性分析	55
二、烃的化学性质	57
三、含氧化合物的性质	60
四、含氮化合物的性质	65

五、脂类、糖类及蛋白质的性质	68
第五章 合成及提取实验	74
一、苯甲酸的合成及其纯度测定	74
二、乙酸异戊酯的合成	75
三、甲基橙的制备	77
四、中药黄连中提取黄连素	79
五、槐花米中提取芦丁	81
六、蛋黄中提取卵磷脂	83
第六章 综合性实验	86
一、茶叶中提取咖啡因	86
二、乙酰水杨酸的制备和含量测定	88
三、有机化合物的结构鉴定	90
附录	91
附录一 有机实验常用玻璃仪器	91
附录二 常见有机化合物物理常数表	93
附录三 常用波谱数据	96
附录四 常用辞典、手册及网络信息资源	98
附录五 实验参考学时数	100

第一章

绪 论

一、有机化学实验要求

基础理论来源于实践，又反过来指导实践，通过反复的理论和实践有助于将所学的知识融会贯通。有机化学实验是基于有机化学的基本理论和规律而设计的，并在教学实践中不断完善的一门实验科学。

有机化学实验教学的目的是让同学们在认识、掌握有机化学基本理论知识的基础上了解、熟悉相应的实验方法，训练其有机化学的基本操作技能，培养他们仔细观察实验现象的习惯，加深对理论知识的理解。有机化学实验教学可以让同学们学会分析实验数据和结果，总结结论的方法，通过反复的理论和实验学习，达到对有机化学知识的深刻理解。

为了提高有机化学实验的效果，要求同学实验前认真预习实验内容，了解实验的目的、原理；实验中严格操作规程，仔细观察实验现象，尊重事实，及时地、简明扼要地、字迹清楚地记录各种观察的结果及数据，养成良好的实验习惯；实验结束后认真处理数据，从理论高度总结实验中观察到的现象和得到的结果，及时完成实验报告。

二、实验室规则

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验作风，学生必须遵守下列实验室规则。

1. 实验的全过程应听从指导教师的指导。
2. 实验前做好准备工作，应先熟悉所需试剂的放置位置，并检查仪器是否完好无损，及时调换破损和故障的仪器。
3. 实验中应保持安静，并遵守秩序。实验进行时，严格按操作规程和实验步骤进行实验，操作要认真仔细，思想要集中，不得擅自离开实验室。合理安排实验的全过程，按时结束相关操作。
4. 注意安全，发生意外事故应及时采取应急措施，并立即报告指导老师。
5. 爱护仪器，注意节约水、电、煤气及消耗性药品。公用试剂、仪器用完后立

即恢复待用状态，并归还原处。

6. 保持实验室的整洁。实验时做到桌面、地面、水槽、仪器四净，实验时产生的固体垃圾应投入废物缸中，不得丢入水槽。实验完毕应立即清洗仪器，整理桌面，关闭所用水、电、煤气。

7. 轮流值日。值日生的职责为整理公用仪器，打扫实验室，清倒废物缸，并协助实验室管理人员检查和关好水、电、煤气和门窗。

三、常见事故的预防和处理

实验室的安全不仅关系到公共财产的安全，而且关系到师生的健康和人身安全。实验室事故与工作人员（包括指导老师和学生）在安全管理和安全技术上的认识和技能密切相关。因此，要求学生在实验前熟悉实验内容、步骤，了解实验中使用的仪器、设备、药品、工具，掌握发生事故时的急救措施和紧急处理方法，是避免事故发生和处理发生事故的有效手段。一旦发生事故，要迅速冷静地处理事故。有机化学实验室常见的易燃、易爆溶剂、试剂和有毒化学品的性质和处置方法如下。

1. 易燃溶剂、试剂、气体 有机化学实验中常使用酒精、乙醚和丙酮等易挥发、易燃烧的溶剂和试剂，使用和处理这些溶剂和试剂时必须远离火源。一旦发生易燃溶剂、试剂着火，应保持镇静，立即关闭煤气，切断电源，迅速移开附近易燃物质。对出现的小火，可用湿布或黄砂盖熄，切勿用嘴去吹。有机溶剂、油浴等着火火势较大，应立即使用灭火器，切忌水浇。衣服着火时可用石棉布、麻袋或厚外衣裹灭，或卧倒在地滚灭，或用附近喷淋水龙头冲灭，切勿四处奔跑。

2. 易爆物 有些有机化合物（如：叠氮化物、过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等）具有爆炸性，使用这些化合物的实验必须严格按照操作规程进行。使用过氧化物时应注意勿与具有还原性的物质接触以避免燃烧或爆炸（如：过氧化苯甲酰与衣服、纸张、木材等接触会引起燃烧），易燃有机物不能与某些强氧化剂如氯酸钾、浓硝酸、高锰酸钾等放在一起，它们接触后会发生激烈反应，引起燃烧或爆炸。有些有机化合物（如：共轭烯烃、乙醚和四氢呋喃等）久置后会生成易爆炸的过氧化物，须经特殊处理后才能应用，蒸馏这些化合物时切忌蒸干。金属钠、氢化铝锂等遇水会剧烈燃烧爆炸，在使用它们时切勿遇水，含水分较多的溶剂（如：乙醚等）不宜直接用于干燥氢化铝锂。一些气体或蒸气（如：乙炔、乙醚等）与空气的混合物也会发生爆炸，因此在使用易燃气体（或产生易燃蒸气的溶剂）时，要保持室内空气畅通，严禁明火，并应防止一切火星（敲击或电器开关等产生的火花）的发生。在有机化学实验中，不能将药品随意混合，以免发生危险。

3. 有毒化学品 实验时，注意勿使有毒药品直接接触皮肤，必要时可戴手套，操作后应立即洗手。实验后，有毒残渣必须作妥善处理。可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验，都应在通风橱内进行，或用气体吸收装置吸收产生的气体，使用后的器皿必须及时清洗。

煤气开关、煤气灯及其橡皮管在使用前应仔细检查，发生漏气时应立即熄灭火源，打开窗户，并立即通知有关人员进行检查和修理。

另外，实验仪器装置不正确或操作错误，有时也会引起爆炸。如常压蒸馏装置和

回流装置必须与大气相通，切勿造成密闭体系，否则会发生爆炸。

玻璃仪器应放置在石棉网上。

四、急救常识

1. 割伤 一般轻伤，先用消毒过的镊子取出玻璃碎片或固体物，再用蒸馏水洗净伤口，涂上红汞或碘酒，最后用创可贴包扎。大伤口则应立即用绷带扎紧伤口上部，以防止大量出血，急送医疗单位处理。

2. 烫伤 轻伤可涂以苦味酸药膏、蓝油烃等烫伤油膏；重伤涂以烫伤油膏后立即送医疗单位处理。

3. 试剂灼伤 酸、碱灼伤皮肤后，应立即用大量水冲洗，酸灼伤时还要用饱和碳酸氢钠溶液洗涤；碱灼伤时则可用 10% 醋酸溶液洗涤，最后用水把残余酸或碱洗净。苯酚灼伤皮肤后应立即用温水及稀酒精冲洗。液溴灼伤后，立即用大量水冲洗，再用酒精擦至无溴液为止，最后涂上甘油或烫伤油膏。

4. 试剂或异物溅入眼内 酸液溅入眼内，先用大量水冲洗，再用 3% 碳酸氢钠溶液冲洗，然后再用水洗涤。碱液溅入，则先用大量水冲洗，再用饱和硼酸溶液冲洗，后用 3% 碳酸氢钠溶液冲洗，最后用水洗涤。溴液溅入时，处理同酸液溅入，但应立即送医疗单位处理。玻璃溅入，用镊子移去碎玻璃或在盆中用水洗，切勿用手揉动。

五、废弃物的处理

化学废物处理途径：中和到 $\text{pH}=6\sim 8$ 的无毒的无机酸、无机碱及无机盐可以直接排放到城市下水道；一般有害有机酸、有机碱、溶剂必须分别放入酸、碱、有机溶剂回收桶内，集中处理；高活性化学品、爆炸品、强氧化剂、强还原剂不能与其他化学品混合，此类化学品分别盛于瓶中，单独处理。

药渣、废纸、火材梗等固体物不得随意乱扔或倒入下水道，必须放入指定容器，统一妥善处理以免污染环境、引起火灾或造成下水道的堵塞及腐蚀。

破损的玻璃仪器、废弃的毛细管和试剂、溶剂瓶等应放入专用回收容器，统一回收处理。

化学废物的处理：中和到 $\text{pH}=6\sim 8$ 的无毒的无机酸、无机碱及无机盐可以直接排放到城市下水道；一般有害有机酸、有机碱、溶剂必须分别放入酸、碱、有机溶剂回收桶内，集中处理；高活性化学品、爆炸品、强氧化剂、强还原剂不能与其他化学品混合，此类化学品分别盛于瓶中，单独处理。药渣、废纸、火材梗等固体物不得随意乱扔或倒入下水道，必须放入指定容器，统一妥善处理以免污染环境、引起火灾或造成下水道的堵塞及腐蚀。破损的玻璃仪器、废弃的毛细管和试剂、溶剂瓶等应放入专用回收容器，统一回收处理。

化学废物的处理：中和到 $\text{pH}=6\sim 8$ 的无毒的无机酸、无机碱及无机盐可以直接排放到城市下水道；一般有害有机酸、有机碱、溶剂必须分别放入酸、碱、有机溶剂回收桶内，集中处理；高活性化学品、爆炸品、强氧化剂、强还原剂不能与其他化学品混合，此类化学品分别盛于瓶中，单独处理。药渣、废纸、火材梗等固体物不得随意乱扔或倒入下水道，必须放入指定容器，统一妥善处理以免污染环境、引起火灾或造成下水道的堵塞及腐蚀。破损的玻璃仪器、废弃的毛细管和试剂、溶剂瓶等应放入专用回收容器，统一回收处理。

即恢复待用状态，并应随时检查，保持实验室的整洁。做到桌面、地面、水槽、仪器洁净，实验时产生

第二章

基本操作技术

一、玻璃仪器的洗涤及干燥

1. 仪器的清洗 在进行实验时，为避免杂质进入反应物中，必须使用清洁的玻璃仪器。最好在每次实验结束之后，立即清洗使用过的仪器。这样不但容易洗净，而且由于了解污物的性质，便于找出适当的方法处理残渣。如酸性残渣可用稀的氢氧化钠除去，碱性残渣可用稀盐酸或稀硫酸溶解除去。当不清洁的仪器放置一段时间后，常常会使洗涤工作变得困难。

(1) 常用洗涤剂：有机化学实验室常用的洗涤剂包括：去污粉、洗衣粉、铬酸洗液、碱性洗液或合适的化学试剂。

(2) 洗涤方法：刷洗：用长柄毛刷（试管刷）蘸取去污粉或者洗衣粉刷洗器壁^[1]，将玻璃表面的污物除去后，再用自来水冲洗干净^[2]。对于存有焦油状物质和炭化残渣的仪器，则需要用洗液。

洗液洗^[3]：往玻璃仪器内加入少量洗液^[4]，将仪器倾斜并慢慢转动，让洗液在仪器内壁流动数圈，然后将洗液倒回原容器内，用自来水洗净仪器中的残留洗液。若玻璃仪器用洗液浸泡数小时，洗涤效果更好。

超声波清洗仪清洗：利用超声波震动除去污物。可清洗不适合洗液清洗的仪器。往超声波清洗仪（图 2-1-1）内注入清水，加入少量洗涤剂，放入待清洗仪器，根据仪器的污秽程度确定超声仪清洗时间，最后用自来水将仪器漂洗干净。

用于某些特殊实验或供有机分析用的仪器，除用上述洗涤方法处理外，需再用蒸馏水清洗，以除去自来水冲洗时带入的杂质。

2. 仪器的干燥 根据实验要求的不同，可选用不同的干燥方法。

自然干燥：将清洗后的玻璃仪器倒置，或者倒插在玻璃仪器架上，室温条件下自然干燥。

对于一些需要无水操作的反应，仪器的干燥与否是实验成败的关键。这时仪器必须用烘箱干燥。

烘箱干燥^[5]：将自然干燥的玻璃仪器，或经过清洗后的玻璃仪器倒置流去表面水珠后，送入烘箱（图 2-1-2）于 100~120℃烘 1 小时左右。待烘箱温度自然下降后，

从烘箱中取出玻璃仪器。如需在烘箱温度较高时取出玻璃仪器，则应戴手套，取出的玻璃仪器应放置在石棉网上，自然冷却至室温。不要将温度较高的玻璃仪器与铁质器皿等直接接触，以免损坏玻璃仪器。



图 2-1-1 超声清洗仪

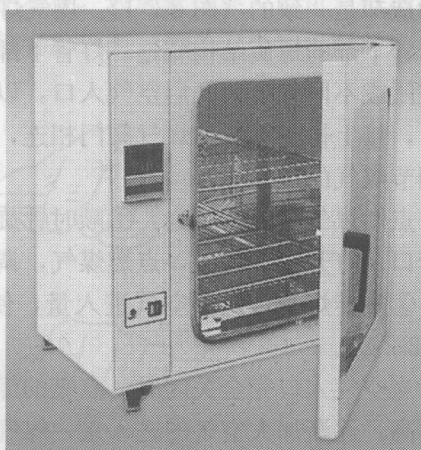


图 2-1-2 烘箱

有机溶剂干燥^[6]：急用仪器时可往体积小的仪器内放入少量乙醇或丙酮，然后转动仪器让有机溶剂在内壁流动，使壁上的水和有机溶剂混合互溶，然后将溶剂倒入回收瓶。用电吹风，先用冷风，再用热风至仪器完全干燥，最后用冷风吹去残余的蒸气，不使其冷凝在容器内。

注意事项

- [1] 不要用秃顶的毛刷，也不要用力过猛，以免戳破仪器。
- [2] 洁净的仪器倒置时，器壁应不挂水珠。
- [3] 洗液（又称铬酸洗液）的配置：在一个 250ml 烧杯内，将 5g 重铬酸钠溶于 5ml 水中，然后在搅拌下慢慢加入 100ml 浓硫酸。（注意，切勿将溶液倒入浓 H_2SO_4 中！）
- [4] 铬酸洗液对皮肤有很强的腐蚀性，使用时应注意安全。铬酸洗液呈红棕色，可反复使用，溶液变绿时失效。大量铬污染环境，强酸溶液会锈蚀管道，因此清洗残留在仪器上的铬酸洗液时，第一、二遍洗涤水应倒入废液缸内，不要倒入下水道。
- [5] 不能将有刻度的容量仪器如量筒、量杯、容量瓶、移液管、滴定管等放入烘箱内烘干，也不能将抽滤瓶等厚壁器皿进行烘干。有磨口的玻璃仪器如滴液漏斗、分液漏斗等，应将磨口塞、活塞取下，将其油脂擦去并经洗净后再烘干，因漏斗的活塞不能互换，烘干时不要配错。切忌将挥发、易燃、易爆物放入烘箱内烘烤。乙醇或丙酮等有有机溶剂涮过的玻璃仪器，要待有机溶剂挥发净后才可放入烘箱，以免发生爆炸。
- [6] 有机溶剂易燃，使用时要远离明火。

二、煤气灯的使用和玻璃加工

有机化学实验中玻璃工操作包括各种角度玻璃管的弯制，测熔点用的毛细管的拉

制,搅拌棒的制作和某些简单仪器的修补等。较熟练地掌握玻璃工基本操作是有机化学实验室的重要工作。

1. 煤气灯的使用 煤气灯是化学实验室中最常用的加热器具,样式虽多,但基本构造却是一致的(图 2-2-1)。煤气灯主要由灯管和灯座两部分组成,灯管和灯座通过灯管下部的螺旋结构相连,灯管下部还有几个圆形的空气入口。通过旋转灯管可完全关闭或不同程度地开启空气入口,以调节空气的进入量。灯座侧面有一支管为煤气入口,接上橡皮管后与煤气阀门相连,将煤气引入灯内。灯座下面有一螺旋针阀,用以调节煤气的进入量。

点燃煤气灯的步骤为:①顺时针旋转灯管,关闭空气入口;②擦燃火柴,先放于灯管口,打开煤气阀门,点燃煤气,调节煤气灯座侧面的螺旋针,使火焰保持适当高度;③旋转灯管,调节空气进入量,使煤气完全燃烧,形成淡紫色分层的正常火焰(图 2-2-2)。

当空气入口完全关闭时,点燃的煤气火焰呈黄色,煤气的燃烧不完全,火焰温度并不高。逐渐加大空气的进入量,煤气的燃烧就逐渐完全^[1]。使用煤气灯时,如煤气和空气的进入量调节得不合适,则会产生不正常的火焰。如果煤气和空气的进入量都很大,则点燃煤气后火焰在灯管的上空燃烧,这样的火焰称为“凌空火焰”,这种火焰将随点燃所用火柴的移去而自行熄灭。当煤气的进入量很小,而空气的进入量很大时,煤气将在灯管内燃烧,这时会听到特殊的嘶嘶声并看到一束细细的呈青色或绿色的火焰,这样的火焰称为“侵入火焰”。遇到这些不正常的火焰,应立即关闭煤气阀门,重新点燃和调节煤气。

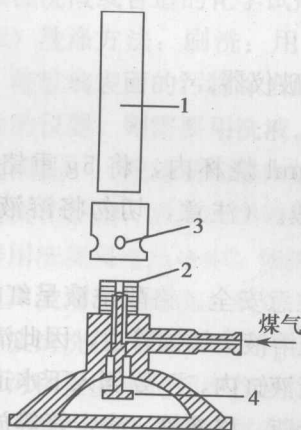


图 2-2-1 煤气灯的构造

1. 灯管 2. 煤气出口
3. 空气入口 4. 灯座螺丝

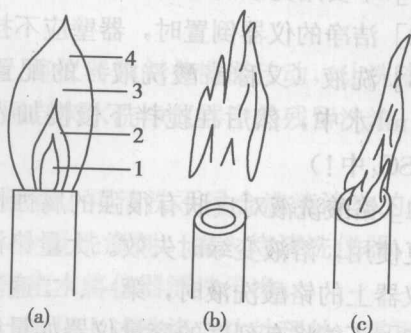


图 2-2-2 各种火焰

- (a) 正常火焰 (b) 凌空火焰 (c) 侵入火焰
1. 焰心 2. 还原焰 3. 最高温处 4. 氧化焰

2. 简单玻璃工操作

(1) 玻璃管的洗涤和切割:所有待加工的玻璃管(棒)都应根据实验要求进行清洁和干燥。制作熔点管等用的玻璃管则需用洗涤剂、洗液(或硝酸、盐酸等)洗涤,再用自来水冲洗,最后用蒸馏水洗净并干燥,然后再进行加工。如果管内附有油腻物,应用铬酸洗液浸洗,然后用水冲洗。

玻璃管(棒)在加工时,左手持管,将其平放在实验台上,用锉刀在需要切割的地方向一个方向锉出一条稍深的锉痕^[2],锉痕的长度要与管的半径相当,锉痕应与玻璃管垂直,握管的手不可离锉痕太远,如图 2-2-3。然后,用双手握管,两手的拇指顶着锉痕的背面的两边,稍向前用力,同时往左右拉,玻璃管(棒)即可从锉痕处平整地断开。折粗管时,在锉痕处涂点水,可比较容易折断。为了安全,折断时应尽可能远离眼睛,或在锉痕的两边包上布后再折。

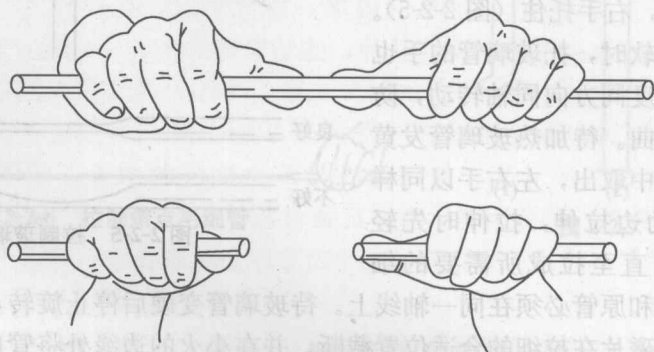


图 2-2-3 折断玻璃管

在切割粗玻璃管(棒)或靠近玻璃管(棒)端部分时,可采用骤热法。另取一根玻璃棒,将玻璃棒一端稍稍拉细,将拉细的一端在煤气灯上灼烧成圆球珠状,呈赤红色时,趁热将这个赤热圆球珠由火中取出直接放在锉痕处压紧,玻璃管即可沿锉痕裂开。如只是部分断裂,可逐次用烧热的玻璃棒压融在裂痕稍前处,至完全断开。

断口处边沿锋利,必须在火中烧熔使其圆滑,熔烧时将管口在氧化焰中边烧边平回转动,直至管口平滑为止,切不可熔烧过久,否则管口收缩变小。

(2) 弯玻璃管:玻璃管的质地有软硬之分,软质玻璃管加热时易软化,硬质的玻璃管则需要较强火焰才能软化。弯玻璃管时,两手平持玻璃管的两端,先将玻璃管在火焰中快速地左右移动和转动,使其在较大范围内受热,然后将要弯曲的位置放在煤气灯的氧化焰中边转动边加热,使玻璃管均匀受热。为了扩大加热范围,可将玻璃管斜放入氧化焰中(或在灯管上套一个鱼尾灯头)。当玻璃管软化可以弯动时,离开火焰,两手水平持管,轻轻向中心用力,使其在重力作用下向下弯曲。如果要弯成较小的角度,需分几次进行,先弯成大的角度,再加热玻璃管,此时受热部分应稍有偏移,经过几次重复操作,即可弯成所需角度,每次弯管不可用力过猛,否则会在弯曲处出现瘪陷。弯好的玻璃管应在同平面上,弯曲部分为圆弧形(图 2-2-4)。此外,还经常出现弯管的内侧凹进去的现象,遇此情况时,可将凹进的部位在煤气灯上加热烧软,用手封住一端(或事先用塞子塞住),用嘴吹气直到凹进去的部位变平滑为止。

在弯好的玻璃管已经变硬但尚未冷却时,将其放在弱火焰上微微加热一会儿,然后将玻璃慢慢移离火焰,



图 2-2-4 加工成的玻璃弯管

再放在石棉网上冷却至室温，这叫退火处理。否则，玻璃管（棒）因急速冷却，内部产生很大的应力，使玻璃管立即开裂，或是日后容易破裂。

(3) 拉制玻璃滴管：将一根干燥洁净直径为 5~6mm、长度为 15cm 的玻璃管，先用小火烘烤以防止玻璃管遇强热发生爆裂，然后慢慢加大火焰，并不断地转动玻璃管，使受热均匀。一般习惯用左手握玻璃管转动，右手托住（图 2-2-5）。当玻璃管开始变软时，托玻璃管的手也要随着以相同速度同方向同轴转动，防止烧软的部分扭曲。待加热玻璃管发黄变软后，从火焰中取出，左右手以同样速度使管边转动边拉伸，拉伸时先轻拉，后用力拉，直至拉成所需要的细度，拉成的细管和原管必须在同一轴线上。待玻璃管变硬后停止旋转，放在石棉网上冷却，然后用小磁片在拉细的合适位置截断，并在小火的边缘处将管口烧圆。玻璃管粗的一端在大火中加热至发黄变软，在石棉网上垂直按一下，使其边缘突出，冷却后套上乳胶头，这样就制成了两根滴管。

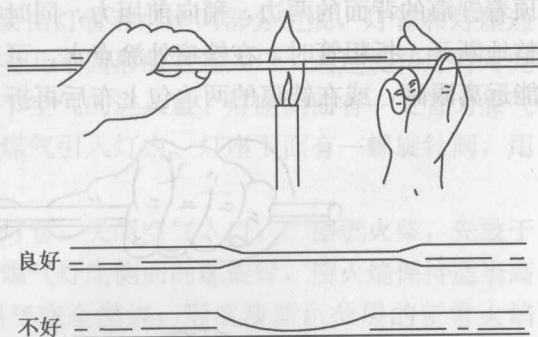


图 2-2-5 拉制玻璃管

(4) 拉制毛细管：取一根直径 8~12mm、壁厚为 1mm 的玻璃管，双手斜拿玻璃管于适当处，放在煤气灯的火焰上加热，火焰由小到大，烧时不断转动玻璃管。当烧至发黄变软时，离开火焰趁热沿水平向两边拉开。开始拉时要慢些，然后再较快地拉长，同时双手改握玻璃管沿着同一方向来回转动（图 2-2-6），以保证毛细管仍保持圆形，否则容易拉成扁管。为了防止中间拉得太细，而两头又太粗，当中间的最细处拉至直径约为 1mm 时，可稍稍停顿一下，以便使中间最细处冷却硬化，再拉时不致变得更细，然后再继续快速向两边拉开，可将尚未硬化的粗处拉细，这样即可得到长而均匀，粗细合适的毛细管。拉好后将玻璃管平放在桌面上，并在两端的玻璃管下面垫上石棉网，冷却后用小磁片或锉刀把毛细管截成 5~6cm 的毛细管段，将毛细管的一端在煤气灯的弱火焰边沿处不断地来回转动，使毛细管封口，即得熔点管。

制沸点管时将一根内径为 3~4mm、长度为 7~8cm 的毛细管，下端用小火封闭，就可作为沸点管的外管。另取内径约 1mm、长度约 5cm 的毛细管用小火熔化封闭一端，作为沸点管内管。

(5) 玻璃钉的制备：取一根玻璃棒，将其一端在煤气灯氧化焰边缘加热，软化变黄后在石棉网上压扁（直径 1.5cm 左右）。如果一次达不到要求，可将此端重复加热软化后压扁，压毕进行退火处理，以防冷却爆裂，然后于 6cm 左右处截断，截断处圆口，制成的玻璃钉可供抽滤时挤压或研磨样品用。

取另一根玻璃棒，以相同的方法拉制，在煤气灯上不断旋转加热，火焰由小到大，待玻璃发黄软化后拉成 2~3mm 的玻璃棒。然后自玻璃棒开始变细处量取 6cm 截断，将粗的一端在氧化焰边缘用大火烧软，在石棉网上按一下，就成了玻璃钉（图 2-2-7）。此玻璃钉作为过滤少量固体时的玻璃钉漏斗使用。

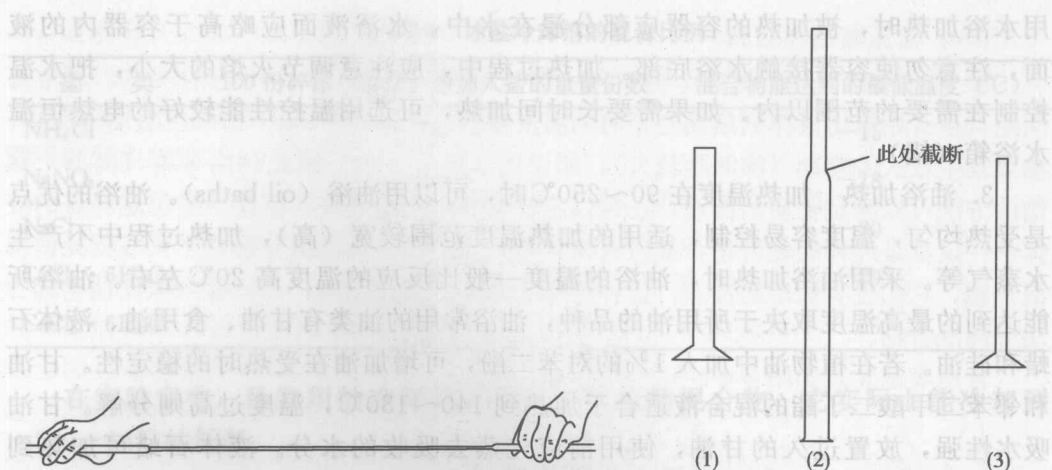


图 2-2-6 拉制熔点毛细管

图 2-2-7 玻璃钉

注意事项

[1] 火焰分为三层：焰心（内层）：煤气和空气的混合物，未燃烧，温度较低。还原焰（中层）：煤气不完全燃烧，并分解出含碳的产物，故这部分火焰具有还原性，称为还原焰。还原焰温度较焰心高，火焰呈淡蓝色。氧化焰（外层）：煤气完全燃烧，过剩的空气使这部分火焰具有氧化性，故称为氧化焰，氧化焰呈淡紫色。最高温度处在还原焰顶端上部的氧化焰中，温度约为 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ （煤气组成不同，火焰温度也有所差别）。

[2] 不能来回锉玻璃管，否则不仅会使锉刀变钝，还会使锉痕增多，造成断面不整齐。

三、加热与冷却

（一）加热

对反应体系加热可以提高有机化学反应速率。提取、蒸馏、升华等操作以及某些物理常数的测定常需要加热。实验室常用的热源有酒精灯、煤气灯、电炉、电热套、微波炉、电磁炉等。加热的方式有直接加热和间接加热两种。直接加热常用酒精灯、煤气灯、电炉作热源，使用这些热源加热属于明火加热，出于安全的考虑，有机化学实验通常不推荐采用此加热方式。间接加热是指通过传热介质作热浴的加热方式。间接加热具有受热均匀，受热面积大，温度可控制和非明火等优点，间接加热是有机实验室常用的加热方式。通常，有机化学实验应根据反应性质和反应要求选用适当的间接加热方法。

1. 石棉网上加热 把石棉网放在三角架、铁环或电炉上，加热热源放在石棉网下面，被加热的玻璃仪器在石棉网上，通常被加热的玻璃仪器（如烧瓶）与石棉网之间留有空隙，以避免由于局部过热使有机物分解或玻璃仪器因受热不均匀而破裂。这种加热属于明火加热，适用于高沸点不易燃烧的物质，加热低沸点物质不用这种加热方式。

2. 水浴加热 加热温度在 80°C 左右时，可选用水浴（water baths）加热。采

用水浴加热时,被加热的容器应部分浸在水中,水浴液面应略高于容器内的液面,注意勿使容器接触水浴底部。加热过程中,应注意调节火焰的大小,把水温控制在需要的范围以内。如果需要长时间加热,可选用温控性能较好的电热恒温水浴箱(锅)。

3. 油浴加热 加热温度在 $90\sim 250^{\circ}\text{C}$ 时,可以用油浴(oil baths)。油浴的优点是受热均匀,温度容易控制,适用的加热温度范围较宽(高),加热过程中不产生水蒸气等。采用油浴加热时,油浴的温度一般比反应的温度高 20°C 左右。油浴所能达到的最高温度取决于所用油的品种,油浴常用的油类有甘油、食用油、液体石蜡和硅油。若在植物油中加入 1% 的对苯二酚,可增加油在受热时的稳定性。甘油和邻苯二甲酸二丁酯的混合液适合于加热到 $140\sim 180^{\circ}\text{C}$,温度过高则分解。甘油吸水性很强,放置过久的甘油,使用前应先蒸去吸收的水分。液体石蜡可加热到 220°C ,温度再提高,则易燃烧。固体石蜡可加热到 220°C 以上,其优点是室温时为固体,便于保存。硅油和真空泵油在 250°C 以上时较稳定,但由于价格贵,一般实验室较少使用。

采用油浴加热时,油浴中应悬挂温度计,以便随时控制热源温度。用油浴加热时,要特别当心,防止着火。当油的冒烟情况严重时,即应停止加热。油浴所用的油中不能溅入水,否则加热时会产生泡沫或爆溅伤人。

4. 沙浴加热 如加热温度在 200°C 以上,可用沙浴。沙浴一般用铁盘装细沙,将容器半埋在沙中加热,容器底部的沙层要薄些,使容器易受热,而容器周围的沙层要厚些,使热不易散失。沙浴的缺点是沙对热的传导能力较差,沙浴温度分布不均,散热快,且不易控制,所以较少使用。

5. 电热套加热 电热套(heating mantle)采用耐高温的玻璃纤维做绝缘材料,电热元件被包裹于该绝缘材料层内。电热套可对烧瓶、锥形瓶等玻璃仪器加热、蒸馏。电热套与调压变压器结合可任意调节加热的程度。由于电热套加热避免了明火,不易着火,使用十分方便和安全,所以在有机实验室得到广泛应用。

微波炉、电磁炉属于非明火热源,使用安全可靠,是值得关注的加热方式。

(二) 冷却

对反应体系冷却是有机实验室常用的操作手段。有些有机反应要求在低温下进行,而有些放热反应需要冷却,以避免因反应过程中温度急剧上升而导致副反应,甚至引起爆炸等事故。有时为了降低物质在溶剂中的溶解度或加速结晶析出,也需要进行冷却。最简单的冷却方法是将盛有反应物的容器浸入冷却剂中。常用的冷却方法有以下几种。

1. 冰水冷却 低于室温条件下的反应,则可用水和碎冰的混合物作冷却剂,它的冷却效果比单用冰块高,因为冰水能和容器更好地接触。如果水的存在并不妨碍反应的进行,则可以把碎冰直接投入反应物中,这样能更有效地保持低温。

2. 冰盐冷却 如果需要冷却的温度在 0°C 以下时,常用碎冰(或雪)和无机盐的混合物作冷却剂。制冰盐冷却剂时,应把盐研细,然后和碎冰(或雪)按一定比例均匀混合(混合比例参见表 2-3-1)。

表 2-3-1 冰盐冷却剂的混合比例

盐 类	100 份碎冰 (或雪) 中加入盐的重量份数	混合物能达到的最低温度 (°C)
NH_4Cl	25	-15
NaNO_3	50	-18
NaCl	30	-20
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	100	-29
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	143	-55

在实验室中,最常用的冷却剂是碎冰和食盐的混合物,它实际上能冷却到 $-5\sim-18^\circ\text{C}$ 的低温。

3. 干冰冷却 干冰 (dry ice) 固态二氧化碳,为白色晶体;熔点 -56.6°C ,密度 $1.56\text{g}/\text{cm}^3$ (-79°C)。

在室温下,将二氧化碳气体加压到约 101 325 Pa,然后冷却到 -56°C 左右,一部分蒸气就会冻结成雪花状的固态二氧化碳。固态二氧化碳的汽化热很大,在常压下汽化时可使周围温度降到 -78°C 左右,并且不会产生液体,所以叫“干冰”。常见的干冰呈块状或丸状。干冰主要用做制冷剂。在实验室里,干冰与一种挥发性液体(如乙醚、丙酮或三氯甲烷等)组成的混合物,可形成 -77°C 左右的低温浴。这种冷却剂应存放在杜瓦瓶(广口保温瓶)中或其他绝热效果好的容器中,以保持其冷却效果。使用干冰时工作人员必须戴保暖手套,以防止冻伤。

四、蒸馏和回流

由于分子运动,液体分子有从液体表面逸出的倾向,这种倾向随着温度的升高而增大。如果把液体置于密封的真空体系中,液体分子继续不断地逸出而在液面上部形成蒸气,最后使得分子由液体逸出的速率与分子由蒸气中回到液体中的速率相等。此时液面上的蒸气达到饱和,称为饱和蒸气,它对液面所施加的压力称为饱和蒸气压。液体在一定温度下具有一定的蒸气压,这是液体与它的蒸气平衡时的压力,它与体系中存在的液体和蒸气的绝对量多少无关。

某一液体的蒸气压随温度的升高而不断增大,当液体的蒸气压增至与外界施与液面的大气压力相等时,有大量气泡从液体内部逸出,液体开始沸腾,此时的温度称为该液体的沸点。显然,液体的沸点与所受的外界压力大小有关。通常所说的沸点是指在 $1.013\times 10^5\text{Pa}$ (一个大气压)的压力下液体的沸腾温度,在其他压力下的沸点应注明压力。例如:水的沸点为 100°C ,是指在一个大气压下水在 100°C 时沸腾;但在 $8.50\times 10^4\text{Pa}$ 时,水在 95°C 就沸腾了,这时水的沸点表示为 $95^\circ\text{C}/8.50\times 10^4\text{Pa}$ 。随着外界压力的降低,液体的沸点也随之降低。

把液体加热至沸,使液体变为蒸气,然后再将蒸气冷却凝结为液体而收集到另一容器,这两个过程的联合操作称为蒸馏。应用蒸馏的方法,可以把挥发性物质与不挥发性物质分离,还可以把沸点不同的物质(沸点相差在 30°C 以上)以及对液体中的有色杂质进行分离。