

高等学校教材

有机化学实验

中山大学化学系
许遵乐 刘汉标主编



中山大学出版社

内 容 简 介

本书是以中山大学化学系使用的讲义为基础,总结了多年来有机化学实验实践教学实践之经验编写而成。全书除了编入综合性大学理科教学大纲要求的内容外,还选编了部分能反映近代技术和华南地区特点的实验内容。主要包括四个部分:第一部分介绍有机化学实验的一般知识;第二部分介绍有机化合物的分离与提纯技术;第三部分为有机化合物物理性质的测定和应用;第四部分编入了八十四四个实验,其中四个为英文文献实验,可作为学生阅读英文资料和文献合成的入门。多数实验附有产物的 NMR 和 IR 谱图,用来帮助学生提高解释谱图的能力。书末还附有供教学用的主要参考资料和供检索用的汉英对照的关键词索引。

本书可作为综合性大学、师范院校、科研单位、工矿企业等有机化学专业的教材或参考书。

有机化学实验

中山大学化学系

许遵乐 刘汉标 主编

中山大学出版社出版发行

广东省新华书店经销

中山 大学 印刷厂印刷

787×1092毫米 16开本 20印张 1插页 48.5万字

1988年11月第1版 1988年11月第1次印刷

印数:1—3000册

ISBN 7—306—00119—1

0.9 定价: 4.10元

前言

本书是以中山大学有机化学基础课教学所使用的“有机化学实验讲义”为蓝本进行编写的。由于实验课教学既要达到教学大纲所规定的要求，又要顾及包括实验室场地、仪器设备和试剂药品等方面的客观条件，因此我们一直根据具体情况选编教材，作为讲义供教学使用。随着教改形势发展的需要，1987年化学系领导和教学质量评估组建议我们将该讲义整理成教材出版，本书正是在他们的鼓励和敦促之下编出的。

本书主要包含以下四方面的内容：第一部分为有机化学实验的一般知识；第二部分介绍有机化合物的分离与提纯技术；第三部分为有机化合物物理性质的测定和应用；第四部分是有机化学实验。书末还附有供教学用的主要参考资料和供检索用的汉英对照的关键词索引。全书除编入综合性大学理科有机化学实验教学大纲要求的内容之外，还选编了一部分半微量操作和能反映近代技术发展情况的内容，如半微量分离提纯技术以及相转移催化、辅酶催化、聚合物试剂催化、冠醚合成和光化反应等实验。此外，为了结合华南地区及本校研究方向的特点，本书还选编有生物酶在合成上的应用、天然产物分离和轴不对称联芳香化合物的拆分等内容。对于波谱技术，则只侧重于图谱的解释和应用，实验操作将留待有机分析课中进行。本书的前三部分着重介绍基本原理和基本知识，而在第四部分中，对有关的操作技术问题，多数作了前后呼应的提示，让读者思索并加深认识；部分实验的操作和理解不作直观描述，而采用提示和讨论的方式让读者运用已学过的知识进行分析判断。多数实验附有产物的NMR和IR谱图，希望能为读者提供更多的训练机会，提高解释谱图的能力。此外，我们还选印四个英文编写的实验，作为阅读英文资料和文献合成的入门。

本书是我们教学小组长期教学经验的总结。多年来参加过本课程教学和教材编写工作的吴仲儿、潘庆洪、许台庄、涂敬仁、赖作企、王植材和关永怡等二十多位老师为编写本书的蓝本付出了辛勤的劳动；在本书的编写过程中，罗允康、胡薪慧、黄起鹏和吴峰等老师向我们提供了十分有益的建议和指导意义。全书由黄文洪教授审阅。在此，特向他们表示衷心感谢！

本书还引用了部分兄弟院校的一些实验内容，谨致谢意！

限于编者水平，书中难免出现错误和欠妥之处，敬请读者批评指正。

编者

1988年1月

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识 (1)

- 一、有机化学实验室的安全知识 (1)
- 二、有机化学实验常用仪器 (4)
- 三、玻璃仪器的清洗、干燥和塞子的配置 (8)
- 四、简单玻璃工操作 (11)
- 五、有机化学反应的常用装置 (13)
- 六、加热和冷却 (19)
- 七、实验前的准备工作和实验报告的书写 (21)
- 八、手册的查阅及有关实验参考书 (25)

第二部分 有机化合物的分离提纯 (31)

- 一、重结晶 (31)
- 二、升华 (36)
- 三、蒸馏 (38)
- 四、减压蒸馏 (42)
- 五、分馏 (48)
- 六、水蒸汽蒸馏 (53)
- 七、共沸蒸馏 (57)
- 八、萃取与洗涤 (59)
- 九、干燥 (66)
- 十、色谱法 (层析法) (72)

第三部分 有机化合物物理性质的测定和应用 (85)

- 一、熔点的测定 (85)
- 二、沸点的测定 (89)
- 三、液态物质折光率的测定 (90)
- 四、比旋光度的测定 (94)
- 五、红外光谱 (IR) (97)
- 六、紫外光谱 (UV) (102)
- 七、核磁共振谱 (NMR) (107)

第四部分 实 验 (113)

- 一、基本操作训练 (113)

实 验 一	简单玻璃工操作	(113)
实 验 二	蒸馏和沸点的测定	(114)
实 验 三	熔点的测定	(115)
实 验 四	重结晶	(116)
实 验 五	石油醚的纯化	(117)
实 验 六	无水乙醚	(118)
实 验 七	薄层层析	(119)
实 验 八	植物色素的提取和柱层析	(121)
实 验 九	氨基酸纸上层析	(123)
实 验 十	比旋光度的测定	(124)
二、合成实验		(126)
实 验 十 一	1-溴丁烷	(126)
实 验 十 二	1, 2-二溴乙烷	(128)
实 验 十 三	溴苯和对-二溴苯	(130)
实 验 十 四	环己烯	(133)
实 验 十 五	内型-降冰片烯-顺-5, 6-二羧酸	(135)
实 验 十 六	9,10-二氢蒽-9,10-内型- α , β -琥珀酐	(138)
实 验 十 七	乙醇的制备(发酵法)	(139)
实 验 十 八	2-甲基-2-己醇	(140)
实 验 十 九	三苯甲醇	(142)
实 验 二 十	1-苯基环戊醇的制备与脱水	(145)
实 验 二 十 一	乙醚	(149)
实 验 二 十 二	正丁醚	(151)
实 验 二 十 三	二苯骈-18-冠-6	(153)
实 验 二 十 四	环己酮	(154)
实 验 二 十 五	苯乙酮	(156)
实 验 二 十 六	二苯甲酮	(158)
实 验 二 十 七	2-庚酮	(160)
实 验 二 十 八	苯丙烯酰苯及其衍生物	(162)
实 验 二 十 九	<i>N</i> -(1-环己烯基)六氢吡啶	(164)
实 验 三 十	α -乙酰环己酮	(166)
实 验 三 十 一	ω -乙酰基己酸	(167)
实 验 三 十 二	己二酸	(169)
实 验 三 十 三	对-硝基苯甲酸	(171)
实 验 三 十 四	扁桃酸(α -羟基苯乙酸)	(172)
实 验 三 十 五	α -溴代乙酸	(174)
实 验 三 十 六	乙酸正丁酯	(176)
实 验 三 十 七	丁酸乙酯	(177)
实 验 三 十 八	乙酰乙酸乙酯	(178)
实 验 三 十 九	硝基苯	(181)
实 验 四 十	邻-硝基苯酚和对-硝基苯酚	(182)

实验四十一	间-硝基苯甲醛	(184)
实验四十二	苯胺	(185)
实验四十三	乙酰苯胺	(187)
实验四十四	磺胺	(189)
实验四十五	甲基橙	(193)
实验四十六	间-二氯苯	(195)
实验四十七	2,2,2-三氯乙醇	(196)
实验四十八	二苯甲醇	(197)
实验四十九	对-硝基苯乙酮的选择性还原	(199)
实验五十	频哪醇水合物的合成	(200)
实验五十一	频哪酮	(201)
实验五十二	己内酰胺	(203)
实验五十三	苯偶姻的合成	(205)
实验五十四	安息香的氧化和二苯乙醇酸重排	(209)
实验五十五	顺, 反-1, 2-二苯乙烯 (Wittig 反应)	(212)
实验五十六	苯甲醇和苯甲酸	(215)
实验五十七	呋喃甲醇和呋喃甲酸	(217)
实验五十八	肉桂酸	(220)
实验五十九	呋喃丙烯酸	(221)
实验六十	氢化肉桂酸	(223)
实验六十一	1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮	(226)
实验六十二	喹啉	(227)
实验六十三	头发水解制取胱氨酸	(230)
实验六十四	从茶叶中提取咖啡碱	(233)
实验六十五	光化异构化和顺, 反-偶氮苯的分离	(235)
实验六十六	苯频哪醇 (二苯甲酮的光化学还原)	(236)
实验六十七	dl-苯乙胺的合成和拆分	(238)
实验六十八	1,1'-联-2-萘酚和磷酸一氢-1,1'-联-2,2'-萘酯的合成和拆分	(241)
实验六十九	酚醛树脂	(246)
实验七十	阳离子交换树脂的制备	(248)
三、化合物的性质实验		(250)
实验七十一	有机化合物的元素定性分析	(250)
实验七十二	烷、烯、炔的化学性质	(252)
实验七十三	卤代烃的化学性质	(254)
实验七十四	醇的化学性质	(255)
实验七十五	酚的化学性质	(256)
实验七十六	醚的化学性质	(257)
实验七十七	醛和酮的化学性质	(257)
实验七十八	胺的化学性质及重氮盐的反应	(260)
实验七十九	糖的化学性质	(261)
实验八十	氨基酸与蛋白质的显色反应	(264)

四、文献实验	(266)
EXPERIMENT 1 Synthesis of Aspirin	(266)
EXPERIMENT 2 The Wittig Reaction	(271)
EXPERIMENT 3 Phase Transfer Catalysis in the Synthesis of 7,7-Dichlorobicyclo[4,1,0]heptane	(276)
EXPERIMENT 4 Multistep Organic Syntheses: Preparation of Benzocaine	(282)

附 录

一、常用有机溶剂的纯化	(289)
二、常用有机溶剂的沸点、密度和在水中的溶解度表	(296)
三、常用酸碱溶液密度及百分组成一览表	(296)
四、水的蒸汽压力表 (0~100 °C)	(301)
五、致癌物质	(302)
六、主要参考书目	(303)
七、元素周期表	(304)
八、关键词索引 (汉英对照)	(306)

第一部分 有机化学实验的一般知识

本部分首先介绍有机化学实验的基本知识。每位初学者在进入有机化学实验室之前，应当认真阅读和理解这一部分的内容。

一、有机化学实验室的安全知识

关键词 安全知识 爆炸极限 安全事故 烧伤和烫伤 灭火器材 割伤及治疗 火灾的防范 中毒的防治

认真学好实验室安全知识是确保实验操作顺利进行的关键。有些学生在进行有机化学实验时，由于忽视安全问题，以致出了事故才认识到安全操作的重要性。其实，只要我们经常重视安全问题，每项实验操作都严格遵守操作规程，树立“以防为主”的思想和严谨的工作作风，大多数事故是完全可以避免的。

(一) 实验室工作的注意事项

① 在你第一次进入有机化学实验室时，请认真清点将为你所用的仪器，并逐件检查是否完好，若发现有裂（伤）痕或损坏者应及时更换，切莫勉强使用。

② 提供给你使用的标准磨口仪器，对接磨口的精密度比较高，为了保持其良好的使用性能，所以洗刷磨口时不得使用有机械磨损性的去污粉。一般情况下不要将磨口处于对接状态作长时间放置，防止由于磨口粘结而难以松脱，若需对接存放时（如分液漏斗及其他带活塞的仪器），则应在磨口接触面夹上一张小纸片并用棉纱线或橡皮圈固定。接触过碱液的磨口，应彻底洗涤干净，不然会造成磨口永久性粘结而使仪器报废。

③ 安装实验仪器装置时应严格遵守操作规程，装毕应作认真检查，确认无误之后才能进行实验工作。

④ 进行实验操作时应戴上防护眼镜，对于有危险性的实验，应使用防护面罩和胶手套等防护用具。

⑤ 实验室的所有化学试剂、药品和反应产物不得随意撒失、遗弃，更不准用手直接接触。若意外接触，应立即清洗干净。

⑥ 禁止在实验室内吸烟或吃饮食，不准在实验室喧哗。嬉戏。

⑦ 要熟悉实验室及附近的安全防护器材（如急救药品箱）及灭火用具（如灭火器、砂桶）的存放位置和使用方法。所有安全防护器具不得随意玩弄或挪作他用。

⑧ 离开实验室之前，应断开电源并关闭所有的自来水和煤气开关。

(二) 实验室常见安全事故的预防和处理

由于有机化学实验所用的药品多数是有毒、易燃、有腐蚀性或爆炸性的，且所用的仪器大部分是玻璃制品，因此在有机化学实验室中较常发生的安全事故有割伤、烧伤、火灾、中毒及爆炸等。下面简单介绍对于这些事故的预防和处理。

1. 着火

着火燃烧以致造成火灾事故的原因多数是由于对火源的使用和管理不当，或在使用易燃的溶剂和金属钠、钾以及油浴时违反操作规程而造成的。因此，在实验室中对带有火苗或火星的火柴杆，一定要确证完全熄灭（最好经水浸熄）后才能丢弃；对于金属钠、钾（包括使用时切开的表皮层和使用过的残渣）和易燃溶剂，均应严格按特定的方法进行处理或回收，绝对不准随意弃入垃圾缸或水槽中；蒸馏易燃物时不能用直接火加热，蒸馏装置的各连接处要紧密，加热前要加入沸石及将冷凝水通入冷凝管，若实验中途才发现忘记加沸石，则应先停止加热让体系降温片刻后才能补加，否则均会由于大量易燃物蒸气的逸出而酿成火灾；用易燃溶剂进行重结晶时，加热溶解要装上回流冷凝管，乘热过滤操作要远离火源。

一旦发生着火事故，应保持沉着和镇静，不应惊慌失措（慌乱只会造成更大的损失），并立即采取以下的各种相应的措施：首先，应立即关闭煤气开关停熄现场及附近的火源，切断电源，迅速移走周围的易燃物。然后迅速用灭火器材灭火（绝对不能企图用口吹熄），小火可用湿布盖熄，如在烧杯、烧瓶、蒸发皿或其它玻璃器皿口着火，可就近用防火板、瓷板、金属板甚至木板盖上，火将自灭；有机物着火，通常不要用水扑灭，一般可用砂子或灭火器灭火。常用的灭火器有以下几种：

(1) 泡沫灭火器 内装发泡剂碳酸氢钠和硫酸铝溶液，使用时将灭火筒倒转，即从喷嘴自动喷出大量二氧化碳泡沫。这种灭火器适用于一般有机物的火灾，但不可用于电器火灾（为什么？）。

(2) 二氧化碳灭火器 是一种常用的实验室灭火器，钢筒内装压缩二氧化碳。使用时一手提灭火器，一手握住喷射二氧化碳喇叭的把手（不准握喇叭筒，否则会被低温冻伤），打开灭火器开关后把喷射出的二氧化碳气流对准火头，火焰则由于低温和缺氧而熄灭。这种灭火器可用于扑灭由有机物及电器设备引起的火灾。

(3) 1211灭火器 是一种新型的高效灭火器材，内装二氟一氯一溴甲烷。它的主要优点是灭火效能高，毒性低，绝缘性好，对金属无腐蚀作用。久贮不变质，但价格高。适用于易燃液体、气体、固体和电器引起的火灾。

实验人员衣服着火时，切勿惊慌乱跑，以免因空气扰动而使火焰扩大和转移，此时应立即用麻布袋或大衣包裹扑熄，或赶快把着火的衣服脱下，也可即卧地打滚或用水淋熄。

2. 爆炸

空气中所混杂易燃有机溶剂的蒸气，或易燃气体含量达到某一限度时，遇到火星即发生爆炸。一些常用溶剂蒸气和易燃气体的爆炸极限见表 1-1 和 1-2。因此，处理易燃溶剂最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂时，接受器支管导出的尾气应用胶管导往室外或水槽。使用氢气和乙炔气时，要保持室内空气流通，禁用明火！并应防止使用可能产生火花的操作和器具，如敲击、摩擦及电器产生的火花均应禁止！

表 1-1 常用易燃溶剂蒸气的爆炸极限

名 称	沸 点 ℃	闪燃点 ℃	爆炸范围: 在空气中的含量 % (体积)
醚	34.51	-45	1.85~36.50
丙 酮	56.2	-17.5	2.55~12.80
甲 醇	64.96	11	6.72~36.50
乙 醇	78.5	12	3.28~18.95
苯	80.1	-11	1.41~7.10

表 1-2 一些易燃气体的爆炸极限

气 体 名 称	爆炸范围: 在空气中的含量 % (体积)
氢 气	4~74
一 氧 化 碳	12.50~74.20
氮 气	15~27
甲 烷	4.5~13.1
乙 炔	2.5~80

对于一些性质不稳定,遇热、摩擦或在干燥时容易爆炸的物质,如多硝基化合物、硝酸酯类、叠氮化物、干燥的重氮盐、吐伦试剂和有机过酸等,使用前应先查阅有关的使用指南或警告,操作时要使用防爆安全装置。

常压操作时,应使装置与大气相连通,勿造成密闭体系;减压蒸馏时,应使用优质的圆底烧瓶,不可用锥形瓶及其它平底容器,否则可能发生负压爆炸。

对因爆炸而受伤者,应尽快送医院治疗。

3. 中毒

在反应过程中会生成有毒害或有腐蚀性气体的实验,应在通风橱中进行。处理有毒物质,要戴上防毒面罩和橡皮手套操作。处理完毕,应立即洗手。

开启盛有挥发性或有毒试剂的瓶塞时,必须将整瓶试剂充分冷却后才可开启(开安瓿瓶时要用毛巾包住),瓶口必须指向无人处,以免由于瓶内液体(有时是气液同时)喷溅而伤害人体。切不可随使用火加热或用金属器具敲击瓶塞!

若遇毒物溅入口中应立即吐出,并用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物的性质给予解毒剂,并立即送医院治疗。对于强酸,可先饮服大量水,然后服用氢氧化铝胶体,鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用食醋、酸果汁和鸡蛋白。不论酸或碱中毒,皆再给予牛奶灌注,不要吃呕吐剂;对于刺激性及神经性毒物,先给牛奶或鸡蛋白使立即冲淡缓和,再用硫酸铜(约30g)溶于一杯水中催吐。

对因吸入气体中毒者,应尽快将中毒者移至室外,解开衣领纽扣并作深呼吸或人工呼

吸。吸入少量氯气或溴者，可用碳酸氢钠溶液漱口。

4. 割伤

最常见的割伤是在安装仪器过程中为了将蒸馏瓶支管、玻璃管或温度计插入塞子时，往往因操作或用力不当造成玻管折断而刺伤。瓶口有裂痕的烧瓶或抽滤瓶在使用时也容易因突然破裂而割伤皮肉。

若被玻璃割伤，应先把伤口处的碎玻璃取出，清洗干净后涂上万花油、碘酒或红汞（注意！碘酒和红汞两者不可同时并用）再用纱布包扎。创伤较重时应送医院治疗。

5. 烧伤

高温（热的物体、火焰或蒸汽）或低温（干冰、液态空气和液态氮等）以及具有腐蚀性的化学药品均可使皮肤烧伤。若属化学药品烧伤，不管轻重均应立即用大量水冲洗。对轻伤者涂以万花油或烫伤油膏，再用纱布包扎，重者送医院治疗。

（1）被酸灼伤 立即用大量水冲洗，然后用 3% NaHCO_3 溶液浸洗创面，最后涂上凡士林。

（2）被碱灼伤 立即用大量水冲洗，再用 1% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液浸洗。

（3）被溴灼伤 立即用大量水冲洗附着在皮肤上的溴液后继续在流水下冲淋，再用酒精浸泡数分钟，最后涂上甘油或烫伤油膏。

6. 试剂溅入眼睛

不管飞溅物是何种试剂及伤势轻重，均应立即用大量水淋冲，然后迅速送医院治疗。

二、有机化学实验常用仪器

关键词 普通玻璃仪器 标准口玻璃仪器

有机化学实验室常用的仪器有普通玻璃仪器、标准口（磨口）玻璃仪器、电学仪器和金属器具等。下面主要介绍玻璃仪器的名称及其保养。

图 1-1 列出的是普通玻璃仪器和标准口玻璃仪器以及一些金属器具及配件。

实验室中常用的玻璃仪器，它们的用途各不相同，但共同特点是容易打烂，故使用时皆应轻拿轻放。兹作简介如下：

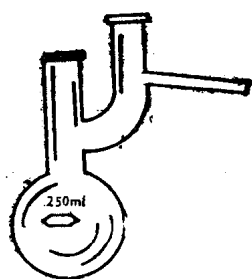
（一）普通玻璃仪器

1. 温度计

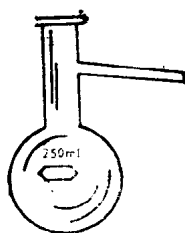
温度计水银球部分的玻璃壁很薄，特别容易破碎，使用时应加倍留意。不可将温度计当玻璃棒进行搅拌；测量温度不得超过温度计的最高刻度值；测量完高温的温度计不能立即撤离高温载体，更不可立即用冷水冲洗，以免由于瞬间温差太大而发生断裂。用完后应装入套筒内保管。

2. 烧杯和烧瓶

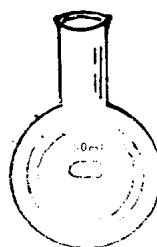
烧杯和烧瓶不可用直接火加热，可通过电热板或热载体进行加热。不要用秃头毛刷或砂



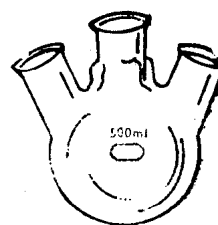
减压蒸馏瓶



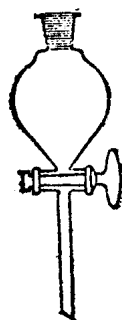
蒸馏瓶



圆底烧瓶



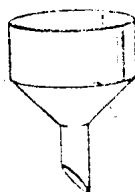
三颈烧瓶



梨形分液漏斗



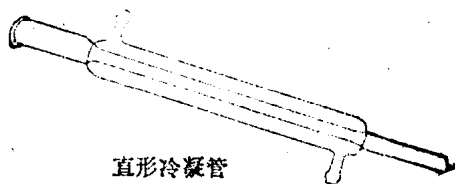
筒形分液漏斗



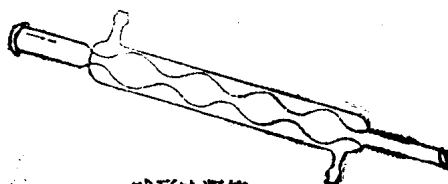
布氏漏斗



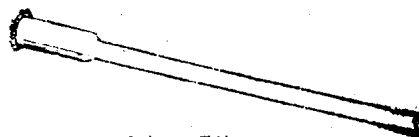
短颈漏斗



直形冷凝管



球形冷凝管



空气冷凝管



玻璃漏斗



Y形管



有支试管



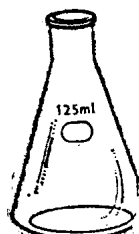
蒸发皿



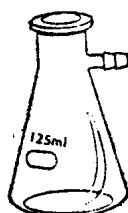
干燥管



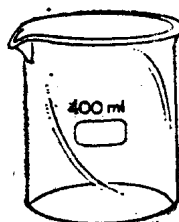
量筒



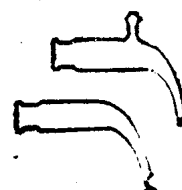
锥形瓶



吸滤瓶



烧杯



接引管

图 1-1 (a) 普通玻璃仪器

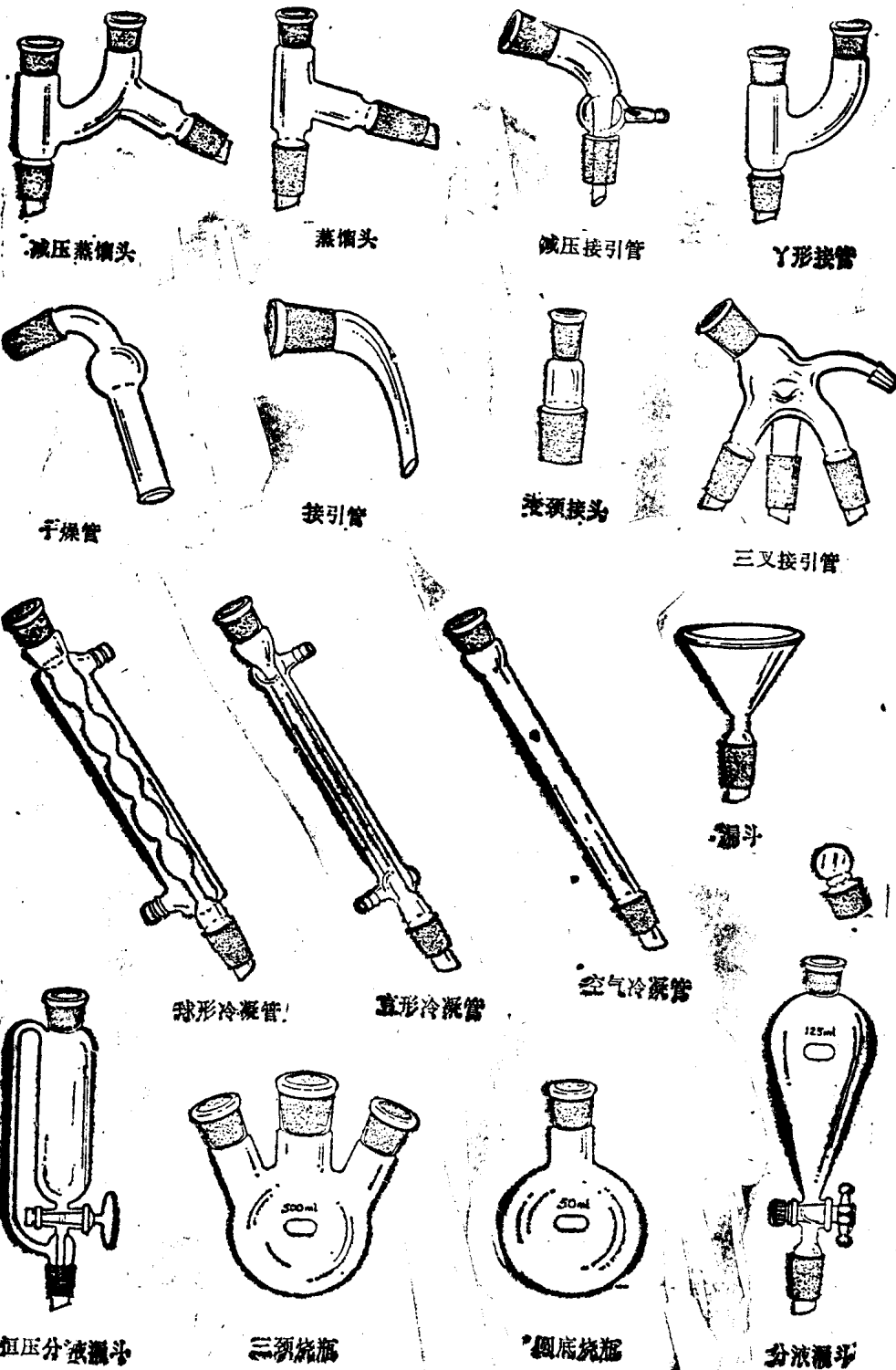


图 1-1 (b) 磨口玻璃仪器

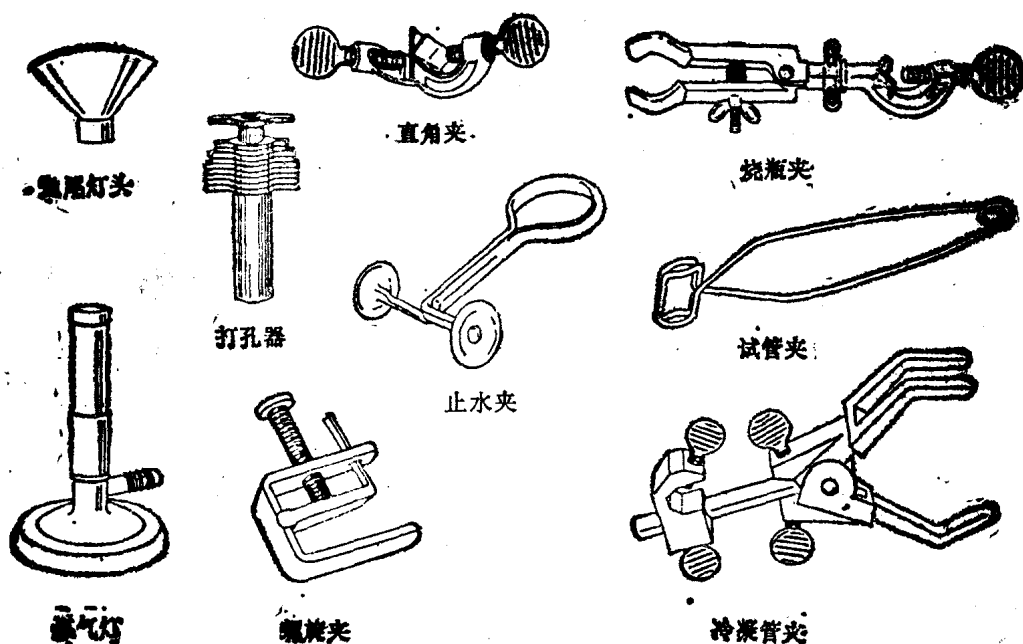


图 1-1 (c) 金属用具

子洗刷，因玻璃遭刮伤后容易破裂损坏。通常可用去污粉和肥皂水洗涤，若遇少量焦油状物难以洗脱时，可用洗液或少量回收的有机溶剂洗涤，最后用清水洗净。

3. 蒸馏瓶

普通玻璃蒸馏瓶的支管容易碰断，使用、安装和放置时都要特别注意。任何情况下都不准以支管当作抓把拿蒸馏瓶。

4. 冷凝管

冷凝管夹套通水后重量较大，安装时应先用冷凝管夹在它的重心位置进行固定。直形夹套冷凝管一般用作蒸馏沸点低于 130°C 液体时的冷凝器，球形冷凝管一般用作回流冷凝器。洗涤冷凝管时需用长毛刷（冷凝管刷）。

5. 分液漏斗

分液漏斗的活塞和顶盖塞都是玻璃磨口的，而且绝大多数是以套装对磨而成、专一性极强，特别是活塞，不能互相调换。不用时应在活塞和顶盖塞的磨口面垫上纸片，防止下次使用时难于打开。使用前，在活塞外表面涂上一层薄薄的凡士林（或真空油脂）使活塞转动灵活。如需把分液漏斗放入烘箱干燥时，一定要把盖塞和活塞取下，否则会破裂或粘结。

(二) 标准口玻璃仪器

标准口玻璃仪器又称磨口玻璃仪器。按其容量大小及用途，分别制成各种不同编号的标准磨口。通常使用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 等。实验室常见的有 14、19、24 和 29 四种。这些数字编号是指磨口最大端的直径 (mm)。相同编号的内外磨口可以紧密相接。有些磨口玻璃仪器则同时使用两个数字表示磨口大小，例如 14/30 则表示此磨

口最大处口径为 14 mm, 磨口长度为 30 mm。使用的时候, 相同编号的磨口可以相互连接, 不同编号者则可借助相应号码的变径接头进行连接。使用标准口玻璃仪器既可免去配塞子及钻孔等手续, 又可避免反应物料被胶塞或木塞所沾污等许多优点, 但是价格相应较高。使用磨口仪器时必须注意下述几点:

① 对接的磨口应尽量使用同一型号的玻璃制品。不同类型玻璃的磨口对接时, 外套管的玻璃要具有较大的膨胀系数, 否则容易由于胀缩不均而破裂或打不开。

② 磨口处必须经常保持洁净, 若粘有固体杂物, 则使磨口对接不紧密导致泄漏甚至损坏磨口。

③ 仪器用完后应即拆卸洗净。若将处于对接状态的磨口长时间放置, 磨口连接处常会粘牢, 难于打开(当有碱存在时更甚!)。清洗磨口仪器时, 不能使用有机械损伤性的硬物或器械擦、刮磨口。

④ 一般使用时, 磨口处无需涂抹润滑剂, 以免沾污内部物料。若反应物有强碱或酰卤时, 则应涂上润滑剂, 以防止磨口连接处因腐蚀粘结而无法打开。

⑤ 安装标准口玻璃仪器时, 各磨口连接处应不受由于歪斜或其他重力引起的应力作用。受热时这种应力更大, 易使仪器断裂损坏。

⑥ 对于损坏的磨口玻璃仪器, 若磨口部分仍完好, 应予回收作为修理烧接其他仪器用。

三、玻璃仪器的清洗、干燥和塞子的配置

关键词 玻璃仪器的清洗 塞子的配置 玻璃仪器的干燥

(一) 玻璃仪器的清洗

为了保证实验结果的科学性和准确性, 所有实验均应使用清洁、干净的仪器。在有机化学实验室中, 常用去污粉和洗衣粉混合洗涤各种普通玻璃仪器。待洗仪器先用水润湿, 再用湿毛刷沾少许混合洗涤剂进行里外刷洗, 最后用水冲洗。标准磨口仪器的洗涤, 不要使用具机械磨损作用的去污粉, 可用肥皂或洗涤剂进行清洗。

为了提高洗涤效果, 要根据污物的性质有针对性地选用适当的洗涤措施。如水溶性的可用水直接冲洗; 碱性物质可用稀盐酸或硫酸溶液洗去; 对于酸性物质则可用碱(NaOH 或 Na_2CO_3) 溶液清洗。对于用一般方法难以清除的污垢, 可选用少量的溶剂洗脱或用洗液浸泡。

铬酸洗液是实验室中的常用洗液, 其配制方法如下: 称取重铬酸钾 20 g, 置入 500 ml 烧杯中, 加水 40 ml 并搅拌使其尽量溶解。然后徐徐注入 350 ml 浓硫酸(边加边搅拌) 即成。

(二) 玻璃仪器的干燥

1. 晾干

为了保证实验时随时有洁净和干燥的仪器可以取用，一定要养成及时清洗仪器的习惯。每次做完实验后应把所使用过的玻璃仪器及时清洗干净，并把其倒置在仪器架上让其自然晾干。这样既可保证下次实验有干净仪器使用之便，又减少了由于久置而使污物更难洗去之烦。

2. 电热烘箱干燥

玻璃仪器放入烘箱干燥之前，应倒置在滴水板或仪器架上滴干器壁上的挂水。放入烘箱时，仪器开口部应朝上使水蒸汽容易逸去。烘箱温度应保持在 $100\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。达此温度后，中途不得临时再放入挂水的湿仪器，以免由于水滴滴到已受热的仪器上造成破裂损坏。干燥完毕，应切断烘箱加热电源并让其自动降温后才可取出仪器。取出仪器时应戴上棉纱手套（或用于毛巾垫手）。带余热的仪器放入干燥器或置于仪器架上，不要让热的仪器突然碰到冷水或金属板。计量玻璃仪器（如容量瓶、移液管、滴定管）不可用烘箱干燥。

3. 电吹风

难以放入烘箱的大件仪器或者为了快速干燥个别仪器，可用电吹风干燥。先将仪器的挂水尽量沥干，用少量丙酮或乙醇荡洗，倾干，用电吹风吹冷风吹 $1\sim 3\text{ min}$ 赶走残留的溶剂，然后吹热风至干燥为止（有机溶剂蒸气易燃易爆，故开始时切勿吹热风），必要时再用冷风使仪器较快的冷却。

(三) 塞子的配置和打孔

使用普通玻璃仪器常常要用到塞子。实验室中常用的塞子有软木塞和橡皮塞。对于要求封闭严密的实验（如减压蒸馏）必须选用橡皮塞。当使用会使橡皮塞发生溶胀的溶剂时，宜选用软木塞。

选用塞子的大小应与所用仪器的口径相适应，以塞入瓶（管）口部分为塞子总高度的 $1/3$ 至 $2/3$ 为合适。

(1) 软木塞的打孔 木塞在打孔前须在压塞机滚压软化〔图 1-2(a)〕，不然在钻孔时容易爆裂。所选用打孔器的外径应比要插入软木塞的温度计或玻璃管等的直径略小。打好孔的关键是一定要选用锋利的打孔器，而且打孔器的推进速度不能太快。打孔时一般可按图 1-2(b)，一手握软木塞一手握打孔器在对旋的同时慢慢推进（不宜将软木塞放在台面上打孔，否则往往由于进孔速度太快而使软木塞爆裂）。当钻至塞高的一半时，取出打孔器，用金属棒推出打孔器内的塞芯，然后从塞子的另一面钻入，直至打通为止。这样，可防止软木塞爆裂，且可打出两端都比较圆滑的圆孔。必要时可用小圆锉修整孔洞。

(2) 橡皮塞钻孔 应选择外径比要求打的孔径略大或至少相等的打孔器（视橡皮塞弹性的大小而定），并在打孔器的前端涂一点甘油或凡士林。将橡皮塞放在一块小木板上，小的一端向上，右手握打孔器，左手握紧塞子，用力垂直慢慢往下钻，钻至塞高一半时，从另一面进钻，直至打通为止。打孔时进钻速度不宜太快，否则钻出的孔太小不合使用。

所打出的孔洞若不够光滑，必要时可用小圆锉稍作修整。

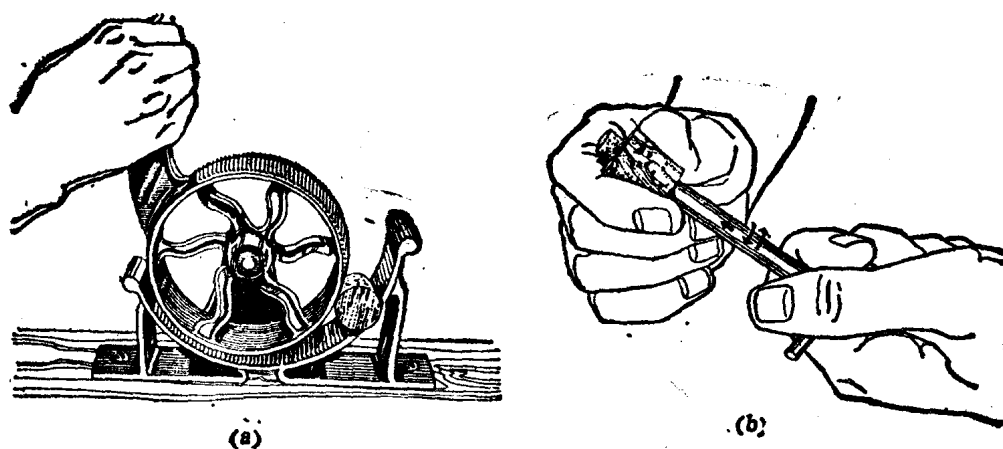


图 1-2 软木塞滚压器及打孔

(a) 软木塞滚压器 (b) 木塞打孔

钻好孔后，将准备插入的温度计或玻璃管端的表面涂上少许甘油或水，握住温度计或玻璃管的手应尽可能靠近塞子的位置，另一手握住塞子慢慢旋转插入（如图 1-3）。切不可用力直推，以免折断温度计或玻璃管，同时将手割伤。

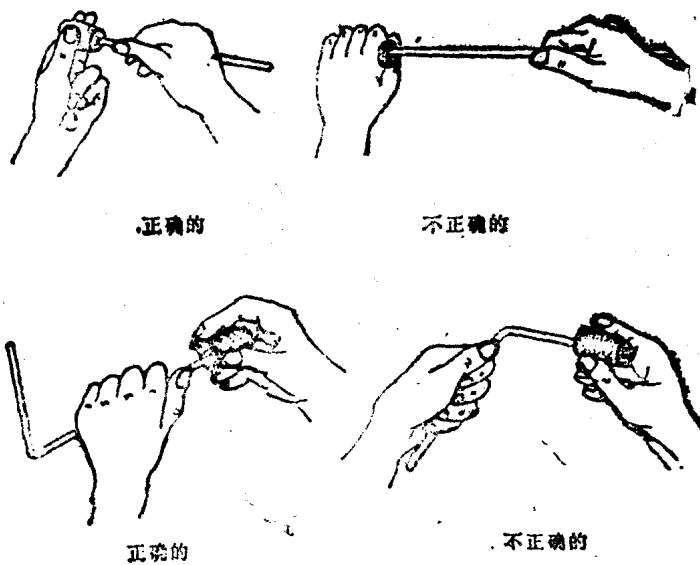


图 1-3 将玻璃管插入塞子