

大学化学实验系列教材

有机化学实验

海南师范大学化学与化工学院 组编

陈文豪 吴禄勇 农旭华 南旭莹 编



科学出版社

大学化学实验系列教材

有机化学实验

海南师范大学化学与化工学院 组编

陈文豪 吴禄勇 农旭华 南旭莹 编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书涵盖了教育部对国家级化学实验教学示范中心建设内容中对有机化学实验课的基本要求。本书共 5 章, 包括 64 个实验项目。第 1 章介绍有机化学实验的一般知识; 第 2 章介绍有机化合物的物理性质及其结构测定; 第 3 章介绍有机化合物的分离和提纯; 第 4 章介绍有机化合物的制备和测定, 涉及常见 7 种类型有机化合物的制备及 18 种典型有机反应和天然产物的制备提取, 共 50 个实验; 第 5 章提供了 14 个研究型开放实验, 可鼓励本科生自主选题开展实验工作。附录列出部分实验常用数据, 便于读者查阅使用。

本书可作为高等学校化学、化工、材料、药学、生物及相关专业本科生的有机化学实验教材, 也可供化学与化工相关专业的学生及教师使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/陈文豪等编; 海南师范大学化学与化工学院组编. —北京: 科学出版社, 2019.4

大学化学实验系列教材

ISBN 978-7-03-059326-9

I. ①有… II. ①陈… ②海… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 249256 号

责任编辑: 丁 里 / 责任校对: 何艳萍

责任印制: 张 伟 / 封面设计: 迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京中石油彩色印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2019 年 4 月第 一 版 开本: 720 × 1000 1/16

2019 年 4 月第一次印刷 印张: 14

字数: 315 000

定价: 49.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

“大学化学实验系列教材”

编写委员会

总策划 孙振范 孙 伟

编 委(按姓名汉语拼音排序)

陈文豪 邓鹏飞 惠 阳 雷炳新

刘艳春 刘艳玲 莫峥嵘 南旭莹

农旭华 孙 伟 孙元元 王向辉

吴禄勇 吴水星 张小朋 周学明

前 言

有机化学是一门实践性很强的学科。通过有机化学实验教学,学生可以掌握各种有机化学的相关知识和操作技能,更好地理解理论教学的内容;同时,学会科学的学习方法和思维,并在实验中培养独立分析问题和解决问题的能力;还可培养严谨、认真、求是、敬业的科学精神。为了适应广大本科院校的实验条件与化学、化工及制药等专业的教学要求,并配合有机化学教学,编者按照大学化学实验教学大纲的要求,在参考国内优秀有机化学实验教材的基础上,结合多年来从事有机化学实验教学经验,编写了本书。

本书以不同类型有机化合物的制备等实验为主线编写,基本内容涵盖有机化学实验的基本原理、基本方法、基本仪器、注意事项,并增加综合型、研究型开放实验项目,以满足现代高等教育发展的需要。

本书在编写方面有以下几个特点:

(1) 密切配合有机化学的理论教学,既注重与理论内容的衔接,又具备实验教材的完整性和独立性。

(2) 精选实验,将经典的合成化学与基本仪器分析相结合,收录多种常规有机化合物性质分析的仪器使用方法与注意事项,既可满足学生的学习需要,又可作为有机化学相关工作者的参考书。

(3) 顺应现代有机化学发展趋势,编写了针对本科生的基础型、综合型、研究型开放实验,兼具实用性、先进性和趣味性。有助于培养学生思考科研问题、解决实际问题的能力和意识,为培养高素质人才奠定基础。

本书总策划为海南师范大学化学与化工学院院长、博士生导师孙振范教授,以及副院长、博士生导师孙伟教授。参加本书编写的有海南师范大学化学与化工学院教师陈文豪(第1、2章和实验44~53、61~64)、吴禄勇(第3章和实验56~60)、农旭华(第4章中实验1~27,第5章中实验54及附录)、南旭莹(第4章中实验28~43,第5章中实验55)。本书的出版得到了海南省高等学校教育教学改革研究项目(Hnjg2014-21、Hnjg2015-40、Hnjg2019-37)的支持,同时得到科学出版社的指导和帮助,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

编 者

2018年10月

目 录

前言

第 1 章 有机化学实验的一般知识	1
1.1 实验须知	1
1.2 实验室安全及事故的预防和处理	2
1.3 有机化学实验常用仪器和装置	6
1.4 仪器的洗涤、干燥和保养	11
1.5 简单玻璃工操作	14
1.6 加热、冷却与干燥	15
1.7 实验预习、实验记录和实验报告	19
1.8 有机化学文献简介	23
第 2 章 有机化合物的物理性质及其结构测定	25
2.1 熔点的测定及温度计的校正	25
2.2 沸点的测定	27
2.3 液体化合物折光率的测定	28
2.4 旋光度的测定	28
2.5 红外光谱	31
2.6 紫外-可见吸收光谱	35
2.7 核磁共振波谱	43
2.8 质谱	48
第 3 章 有机化合物的分离和提纯	53
3.1 重结晶及过滤	53
3.2 常压蒸馏	61
3.3 水蒸气蒸馏	65
3.4 减压蒸馏	67
3.5 简单分馏	70
3.6 升华	71
3.7 干燥及干燥剂的使用	72
3.8 萃取	75
3.9 色谱法	78
第 4 章 有机化合物的制备和测定	93
实验 1 环己烯的制备	93
实验 2 叔丁基氯的制备	94

实验 3	1,2-二溴乙烷的合成	95
实验 4	溴乙烷的制备	97
实验 5	2-甲基-2-丁醇的制备	98
实验 6	苯乙醇的制备	100
实验 7	乙醚的制备	101
实验 8	正丁醚的制备	102
实验 9	环戊酮的制备	104
实验 10	环己酮的制备	105
实验 11	对硝基苯甲酸的制备	107
实验 12	己二酸的制备	108
实验 13	乙酸乙酯的制备	110
实验 14	苯甲酸乙酯的制备	111
实验 15	苯乙酮的制备	113
实验 16	二苯酮的制备	114
实验 17	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	117
实验 18	硝基苯的制备	119
实验 19	苯亚甲基苯乙酮的制备	121
实验 20	2-乙基-2-己烯醛的制备	122
实验 21	乙酸乙酯的制备	123
实验 22	乙酸异戊酯的制备	125
实验 23	水杨酸甲酯的制备	126
实验 24	乙酰水杨酸的制备	128
实验 25	乙酰苯胺的制备	130
实验 26	二苯乙醇酮的制备	131
实验 27	对氨基苯磺酸的制备	133
实验 28	乙酰乙酸乙酯的制备	134
实验 29	甲基橙的制备	135
实验 30	肉桂酸的制备	138
实验 31	香豆素-3-羧酸的制备	139
实验 32	苯甲醇和苯甲酸的制备	141
实验 33	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	143
实验 34	喹啉的制备	144
实验 35	第尔斯-阿尔德反应	146
实验 36	己内酰胺的制备	147
实验 37	邻氨基苯甲酸的制备	149
实验 38	苯频哪醇的光化学合成	151
实验 39	1,2-二苯乙烯的合成	152

实验 40	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成	154
实验 41	扁桃酸的制备	157
实验 42	从茶叶中提取咖啡因	158
实验 43	番茄红素和 β -胡萝卜素的提取分离及含量测定	160
实验 44	提勒管法测定几种常见有机化合物的熔点	162
实验 45	微量法测定液体有机化合物的沸点	164
实验 46	液体有机化合物折光率的测定	165
实验 47	有机化合物傅里叶红外光谱的测定	167
实验 48	紫外分光光度法测定混合物中非那西汀和咖啡因的含量	168
实验 49	有机化合物的核磁共振谱的测定	171
实验 50	质谱法测定甲醇的结构	172
第 5 章	研究型开放实验	174
实验 51	超临界二氧化碳流体萃取茶叶中的茶多酚	174
实验 52	绿茶中茶多酚总量的测定	175
实验 53	茶多酚清除 DPPH 自由基生物活性研究	177
实验 54	海洋微生物中生物碱类成分的分析	178
实验 55	水溶液体系中自由基光聚转化率的测定	179
实验 56	苯胺基乙酰乙酸乙酯的制备	181
实验 57	5-甲基-2-苯基-1,2,3-三唑-4-甲酸的制备	182
实验 58	苯甲酸(邻乙酰基)苯酚酯的制备	183
实验 59	1-苯基-3-(2-羟基苯基)-1,3-丙二酮的制备	183
实验 60	黄酮体的制备	184
实验 61	对氨基苯丁酸的制备	185
实验 62	对氨基苯丁酸乙酯的制备	186
实验 63	<i>N,N</i> -二(2-羟乙基)氨基苯丁酸乙酯的合成	187
实验 64	苯丁酸氮芥的制备	188
参考文献		190
附录		191
附录 1	有机化合物手册中常见的英文缩写	191
附录 2	化学试剂纯度与分级标准	194
附录 3	一些特殊试剂的配制	194
附录 4	常用酸碱浓度与密度	196
附录 5	常用有机溶剂的沸点和相对密度	199
附录 6	冷浴用的冰-盐混合物	200
附录 7	常用加热用液体介质及其性质	201
附录 8	常见恒沸混合物的组成和恒沸点	201
附录 9	水的饱和蒸气压	213

第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 实验须知

有机化学实验是对有机化学的基础理论知识加深理解的重要环节。实验教学的目的是培养学生正确掌握有机化学实验的基本操作技能,正确、熟练地进行制备实验和性质鉴定实验,掌握分离和鉴定所制备产品的方法,使课堂讲授的重要理论和概念得到验证、巩固、充实和提高。有机化学实验不仅能使理论知识形象化,并且能说明这些理论和规律在应用时的条件、范围和方法,较全面地反映有机化学现象的复杂性和多样性,进而培养学生独立思考、分析问题、解决问题和创新的能力,以及实事求是和严谨认真的科学态度。学生应忠实于所观察到的客观现象,养成安排合理、操作正确、观察细致、如实记录、分析准确及推断符合逻辑的良好学习习惯。

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

(1) 做好实验前的准备工作。包括预习,准备好所需要的器材,自主利用网络及工具书查清楚操作实验所用仪器注意事项、试剂的物理化学性质和毒性等,做到心中有数。如何预习见本章 1.7 节。如果准备工作做得好,不仅可以保证实验顺利进行,还可从实验中获得更多的知识。

(2) 进入实验室时,应熟悉实验室灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。穿戴好实验服装,严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。若发生意外事故,应保持镇静,及时采取应急措施,并报请教师进一步处理。

(3) 实验时应遵守纪律,保持安静。要集中精神,认真操作,细致观察,积极思考,如实记录实验过程、现象及结果,实验期间不得擅自离开。

(4) 遵从教师的指导,按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。若要更改,须征求教师同意后,才可进行调整。

(5) 保持实验室的整洁。暂时不用的器材,不要放在桌面上。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,不得乱放,更不得丢入水槽;废酸和废碱应分别倒入指定的容器中;废溶剂要倒入指定的密封容器中统一处理。

(6) 爱护公共仪器和工具,应在指定的地点使用,并保持整洁。节约用水、电、煤气和药品。如损坏仪器要办理登记换领手续。

(7) 离开实验室前,应关闭水、电和煤气开关。值日生应打扫实验室,把废物容器倒净,关好门、窗方可离开。

1.2 实验室安全及事故的预防和处理

有机化学实验所用的药品多数是易挥发、有毒、可(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。所以,在有机化学实验室工作,若粗心大意,就容易发生事故,如割伤、烧伤,甚至火灾、中毒或爆炸等,必须时刻意识到化学实验室是潜在的危险场所。只要时刻重视安全问题,保持警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施,事故是可以避免的。下面介绍实验室的安全守则以及实验室事故的预防和处理。

1.2.1 实验室的安全守则

(1) 实验开始前,检查仪器是否完整无损,装置安装是否正确牢固,在征得指导教师同意之后,方可进行实验。

(2) 实验进行时,不得擅自离开岗位,要注意观察反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

(3) 当进行有可能发生危险的实验时,要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。

(4) 使用易燃、易爆药品时,应远离火源。严禁在实验室内吸烟或饮食。实验结束后仔细洗手。

(5) 熟悉安全用具如灭火器材、沙箱及急救药箱的放置地点和使用方法,并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作他用。

1.2.2 实验室事故的预防

1. 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是化学实验室常见的事故之一,因此应尽可能避免使用明火。防火的基本原则有下列几点:

(1) 在操作易燃的溶剂时要特别注意:

a. 远离火源。

b. 勿将易燃液体放在敞口容器(如烧杯)中明火加热。

c. 加热必须在水浴中进行,切勿使容器密闭,否则会造成爆炸。当附近有露置的易燃溶剂时,切勿点火。

(2) 进行易燃物质实验时,应养成先将乙醇等易燃物移开的习惯。

(3) 蒸馏装置不能漏气,如发现漏气,应立即停止加热,检查原因。若因塞子被腐蚀,则待冷却后,才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等,而应采用窄口容器如三角烧瓶、圆底烧瓶等。从蒸馏装置接收瓶出来的尾气须经尾气吸收装置处理,或者出口应远离火源,用橡皮管引入下水道、抽风口或室外。

(4) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:

a. 应放数粒沸石、素烧瓷片或一端封口的毛细管, 以防止暴沸。若在加热后才发现未放这类物质, 绝不能急躁, 不能立即揭开瓶塞补放, 而应停止加热, 待被蒸馏的液体冷却(低于溶液沸点)后方能加入。否则, 会因暴沸而发生事故。

b. 严禁直接加热。

c. 瓶内液量不能超过瓶容积的 2/3。

d. 加热速度宜慢, 不能快, 避免局部过热。

总之, 蒸馏或回流易燃低沸点的液体时, 一定要谨慎操作, 不能粗心大意。

(5) 用油浴加热蒸馏或回流时, 注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中导致油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因, 主要是橡皮管套进冷凝管侧管不紧密, 开动水阀开关过快, 水流过猛把橡皮管冲出来, 或者套不紧漏水。所以, 橡皮管套入侧管时要紧密, 开动水阀时动作要慢, 使水流缓慢通入冷凝管内。

(6) 处理大量的可燃性液体时, 应在通风橱中或在指定地方进行, 室内应无火源。

(7) 不得把燃着或带有火星的火柴梗或纸条等乱抛, 也不得丢入废物缸中, 否则容易发生危险。

2. 爆炸的预防

有机化学实验中, 一般预防爆炸的措施如下:

(1) 蒸馏装置必须正确, 不能造成密闭体系, 应使装置与大气相通; 减压蒸馏时, 要用圆底烧瓶作接收器, 不可用三角烧瓶, 否则容易发生爆炸。

(2) 切勿使易燃、易爆的气体接近火源, 有机溶剂如醚类和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火星、电火花而引起爆炸。

(3) 使用乙醚等醚类时, 必须检查有无过氧化物存在, 如果发现有过氧化物存在, 应立即用硫酸亚铁除去过氧化物后才能使用。同时, 使用乙醚时应在通风较好的地方或通风橱内进行。

(4) 易爆炸的固体, 如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等, 都不能重压或碰撞, 以免引起爆炸, 这些危险物的残渣必须小心销毁。例如, 重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使其分解, 重氮化合物可加水煮沸使其分解等。

(5) 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) 剧毒药品应妥善保管, 不许乱放, 实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发, 并向使用毒物者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须进行妥善而有效的处理, 禁止乱丢。

(2) 有些剧毒物质会渗入皮肤, 因此接触这些物质时必须戴橡皮手套, 操作结束后应立即洗手, 切勿让毒物沾及五官或伤口。例如, 氰化钠沾及伤口后会随血液循环至全身, 严重的会造成中毒死亡事故。

(3) 在反应过程中可能生成有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行, 注意安装气体吸收装置, 使用后的器皿应及时清洗。

4. 触电的预防

使用电器时, 应防止人体与电器导电部分直接接触, 不能用湿手或用手握湿的物体接触电插头。为了防止触电, 装置和设备的金属外壳等都应连接地线, 实验后应切断电源, 再将连接电源插头拔下。

1.2.3 事故的处理和急救

1. 火灾的处理

实验室一旦失火, 室内全体人员应积极、有序地参加灭火, 一般采取如下措施: 一方面防止火势扩大, 立即关闭煤气灯, 熄灭其他火源, 关闭室内总电闸, 移开易燃物质; 另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火, 常采用使燃着的物质隔绝空气的办法, 通常不能用水, 否则反而会引起更大的火灾。在失火初期, 不能用嘴吹, 必须使用灭火器、沙子、毛毡等。若火势小, 可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿(如烧杯或烧瓶)内着火, 可盖上石棉板或瓷片等, 使其隔绝空气而灭火。

如果油类着火, 要用沙子或灭火器灭火, 也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

如果电器着火, 首先应切断电源, 然后用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意: 四氯化碳蒸气有毒, 在空气不流通的地方使用有危险!), 因为这些灭火剂不导电, 不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器灭火, 因为水能导电, 会使人触电甚至死亡, 而泡沫灭火器会产生大量固体残留, 直接造成精密仪器损坏。

如果衣服着火, 切勿奔跑, 应立即在地上打滚, 邻近人员可用毛毡或棉被等盖在其身上, 使之隔绝空气而灭火。

总之, 失火时应根据起火的原因和火场周围的情况, 采取不同的方法灭火。无论使用哪一种灭火器材, 都应把灭火器的喷出口对准火焰的底部, 从火的四周开始向中心扑灭。

2. 玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故, 受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎片, 如有, 应先把伤口处的玻璃碎片取出。若伤势不重, 先进行简单的急救处理, 如涂上万花油, 再用纱布包扎; 若伤口严重、流血不止时, 可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧, 减慢流血, 压迫止血, 并立即到医院就诊。

3. 药品灼伤

1) 酸灼伤

(1) 皮肤: 立即用大量水冲洗, 然后用 5%碳酸氢钠溶液洗涤, 再涂上油膏, 并包

扎好。

(2) 眼睛：抹去溅在眼睛外面的酸，立即用水冲洗，用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗后，立即到医院就诊，或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。

(3) 衣服：依次用水、稀氨水和水冲洗。

(4) 地板：撒上石灰粉，再用水冲洗。

2) 碱灼伤

(1) 皮肤：先用水冲洗，然后用饱和硼酸溶液或1%乙酸溶液洗涤，再涂上油膏，并包扎好。

(2) 眼睛：抹去溅在眼睛外面的碱，先用水冲洗，再用饱和硼酸溶液洗涤，最后滴入蓖麻油。

(3) 衣服：先用水洗，然后用10%乙酸溶液洗涤，再用氨水中和多余的乙酸，最后用水冲洗。

3) 溴灼伤

如溴滴到皮肤上，应立即用水冲洗，涂上甘油，敷上烫伤油膏，将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激，暂时不能睁开，可对着盛有乙醇的瓶口注视片刻。

上述各种急救法仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重，在急救之后应立即送医院诊治。

4. 烫伤

轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏，重伤者涂以烫伤油膏后立即送医务室诊治。

5. 中毒

溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来，用大量水冲洗口腔；如已吞下，应根据毒物的性质服解毒剂，并立即送医院急救。

1) 腐蚀性毒物

对于强酸，先饮大量的水，再服氢氧化铝膏、鸡蛋白；对于强碱，也要先饮大量的水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。无论酸或碱中毒都需灌注牛奶，不要吃呕吐剂。

2) 刺激性及神经性中毒

先服牛奶或鸡蛋白缓和，再服用硫酸铜溶液(约30 g溶于500 mL水中)催吐，有时也可以用手指伸入喉部催吐，然后立即送医院诊治。

3) 吸入气体中毒

将中毒者移至室外，解开衣领及纽扣，吸入少量氯气或溴气者可用碳酸氢钠溶液漱口。

1.2.4 急救用具

消防器材：泡沫灭火器、四氯化碳灭火器(弹)、二氧化碳灭火器、沙子、石棉布、

毛毡、棉被和淋浴用的水龙头。

急救药箱：碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1%乙酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%乙醇溶液、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

注意：乙醚长期存放在空气中时，醚中的碳氢键由于生成过氧键而形成有机过氧化物，过氧化物很不稳定，经加热或强烈撞击时易发生爆炸，存在安全隐患。因此，久置醚类使用前必须检验是否有过氧化物存在，以免出现危险。方法：将少量的醚用湿润的 KI-淀粉溶液试纸检验，试纸变蓝说明有过氧化物生成，可用硫酸亚铁或亚硫酸钠溶液洗涤，反复振荡除去；若 KI-淀粉溶液试纸不变蓝，则说明无过氧化物或过氧化物已被除尽。凡是在使用醚类时，都应该注意这个问题。

1.3 有机化学实验常用仪器和装置

1.3.1 有机化学实验常用标准接口玻璃仪器

1. 标准接口玻璃仪器

标准接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。当不同规格的部件无法直接组装时，可使用变径接头将其连接。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子的步骤，又能避免反应物或产物被塞子沾污的问题；口塞磨砂性能良好，可使密合性达较高真空度，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。

标准接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。

标准接口玻璃仪器的每个部件在其口塞的上或下显著部位均有烤印的白色标志标明规格。常用的有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等。

表 1-1 是标准接口玻璃仪器的编号与大端直径。

表 1-1 标准接口玻璃仪器的编号与大端直径

编号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

有的标准接口玻璃仪器有两个数字，如 19/32，19 表示磨口大端的直径为 19 mm，32 表示磨口的高度为 32 mm。

2. 有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器

图 1-1 为有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器。

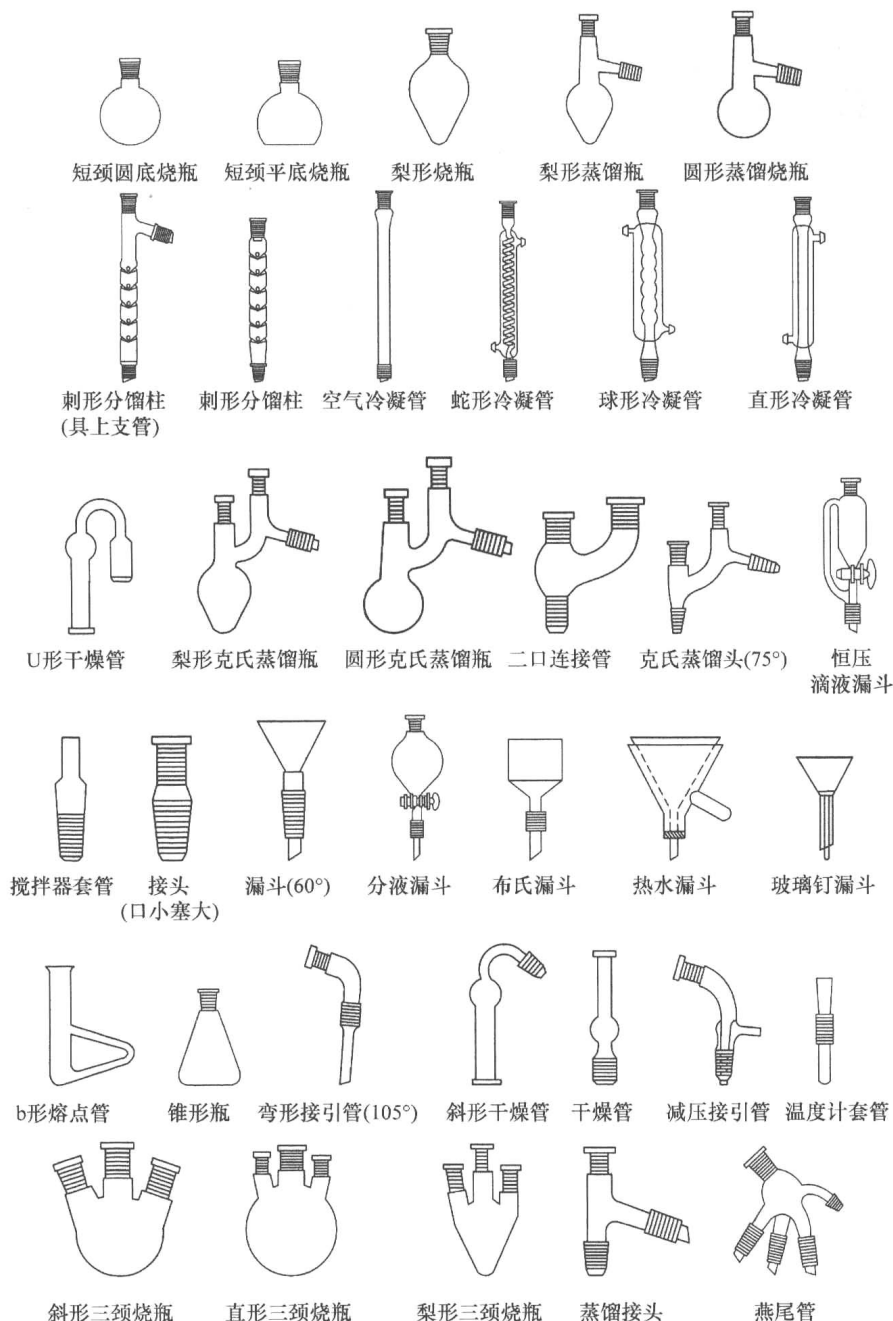


图 1-1 有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器

3. 使用标准接口玻璃仪器注意事项

- (1) 标准口塞应保持清洁, 使用前宜用软布揩拭干净, 但不能粘上纤维。
- (2) 使用前在磨砂口塞表面涂以少量真空油脂或凡士林, 以增强磨砂接口的密合性, 避免磨面相互磨损, 同时也便于接口的装拆。涂抹凡士林的方法如图 1-2 所示。

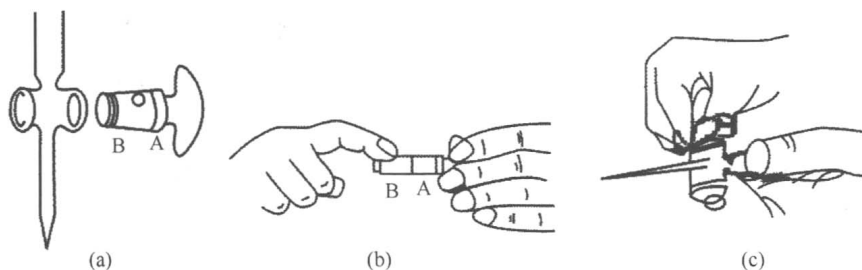


图 1-2 涂抹凡士林的方法

(3) 装配时,把磨口和磨塞轻轻对旋连接,不能用力过猛,也不能装得太紧,只要达到润滑密闭要求即可。

(4) 用后应立即拆卸洗净。否则,对接处常会粘牢,以致拆卸困难。

(5) 装拆时应注意相对的角度,不能在角度偏差时进行硬性装拆,否则极易造成破损。

(6) 磨口套管和磨塞应该是由同种玻璃制成的,迫不得已时,才用膨胀系数较大的磨口套管。

1.3.2 有机化学实验常用装置

进行有机合成实验时,通常需要将多种玻璃仪器组装成一定的装置。常用的几种装置有:回流装置、蒸馏装置、分馏装置、气体吸收装置、搅拌装置等。

1. 回流装置

当有机化学反应需要在反应体系的溶剂或反应物的沸点附近进行时需用回流装置,如图 1-3 所示。其中,图 1-3(a)适用于需要干燥的反应体系;如不需要干燥,可去掉干燥管[图 1-3(b)];图 1-3(c)适用于产生有害气体(如溴化氢、氯化氢、二氧化硫等)的反应体系;图 1-3(d)增加油水分离器,可用于转移反应过程生成的水等副产物,促进反应进行,有必要的话可增加温度计,监测反应温度变化[图 1-3(e)];图 1-3(f)适用于边滴加边回流的反应体系,若需监控反应温度,可增加温度计[图 1-3(g)]。

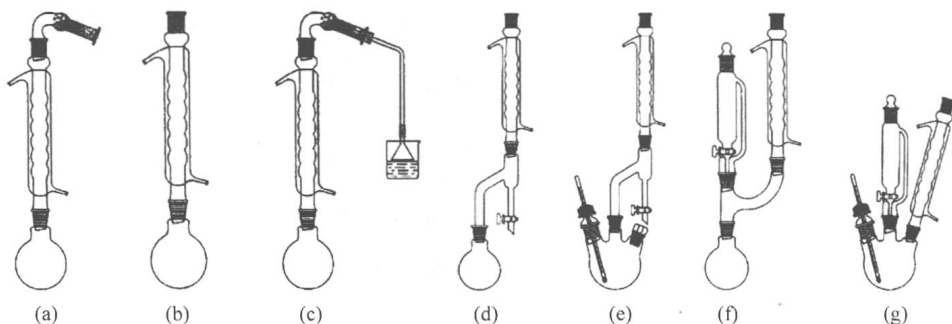


图 1-3 回流装置

2. 蒸馏装置

用蒸馏法分离和提纯液体有机化合物时要使用蒸馏装置,图 1-4 是最常用的一种。它适用于低沸点物质的蒸馏[沸点(b.p.) $<140^{\circ}\text{C}$],既可在尾部侧管处连接干燥管,

用作防潮蒸馏,也可连上橡皮管把易挥发的低沸点馏出物(如乙醚)的尾气导向水槽或室外。蒸馏高沸点物质($b.p. > 140\text{ }^{\circ}\text{C}$)时,要换用空气冷凝管。

3. 分馏装置

当物质的沸点十分接近,约相差 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,则无法使用简单蒸馏法,可改用分馏法(图 1-5)。分馏实际上是多次蒸馏,分馏柱(刺形、蛇形和填充式)的小柱可提供一个大表面积使蒸气凝结,因此更适合分离、提纯沸点相差不大的液体有机混合物,如煤焦油的分馏、石油的分馏等。

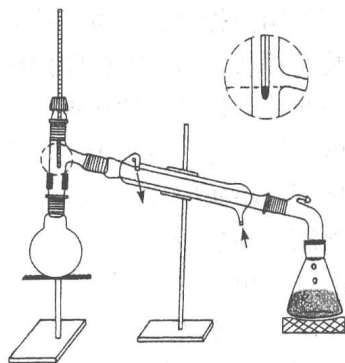


图 1-4 蒸馏装置

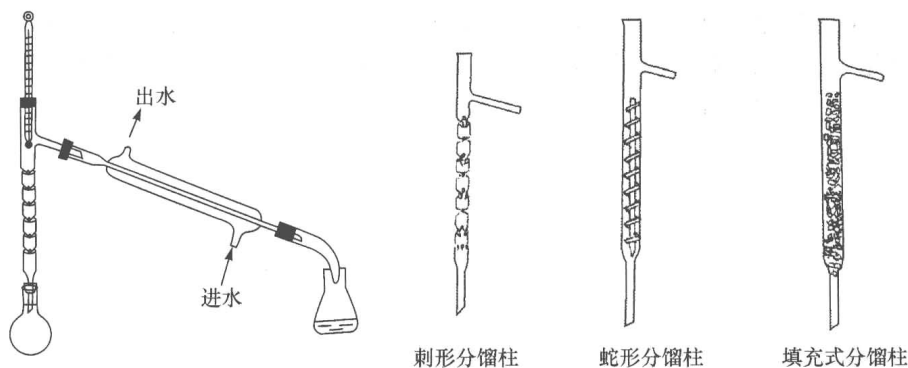


图 1-5 分馏装置及常见分馏柱

4. 气体吸收装置

当反应体系中有毒性气体产生时,要用气体吸收装置,以减少环境污染,如图 1-6

所示,其中图 1-6(a)和(b)适用于少量气体的吸收。

使用图 1-6(a)的装置时,玻璃漏斗应略微倾斜,使漏斗口一半在水中,一半在水面上,不得将漏斗埋入吸收液面下,以防成为密闭装置,引起倒吸。图 1-6(c)是反应过程中有大量气体生成或气体逸出速度很快的气体吸收装置。水自上端流入(可利用冷凝水)抽滤瓶中,在恒定的水平面上溢出。粗的玻璃管恰好伸入水面,被水封住,以防止气体逸入大气中。

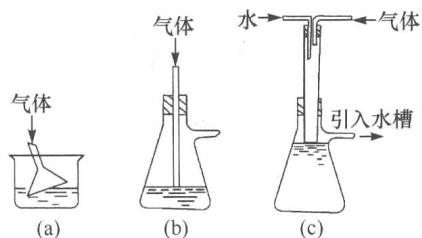


图 1-6 气体吸收装置

5. 搅拌装置

1) 机械搅拌

机械搅拌是由电机带动搅拌棒而达到搅拌目的的一种装置。当反应在互不相溶的两种液体或固、液两相的非均相体系中进行,或其中一种原料需逐渐滴加进料时,必