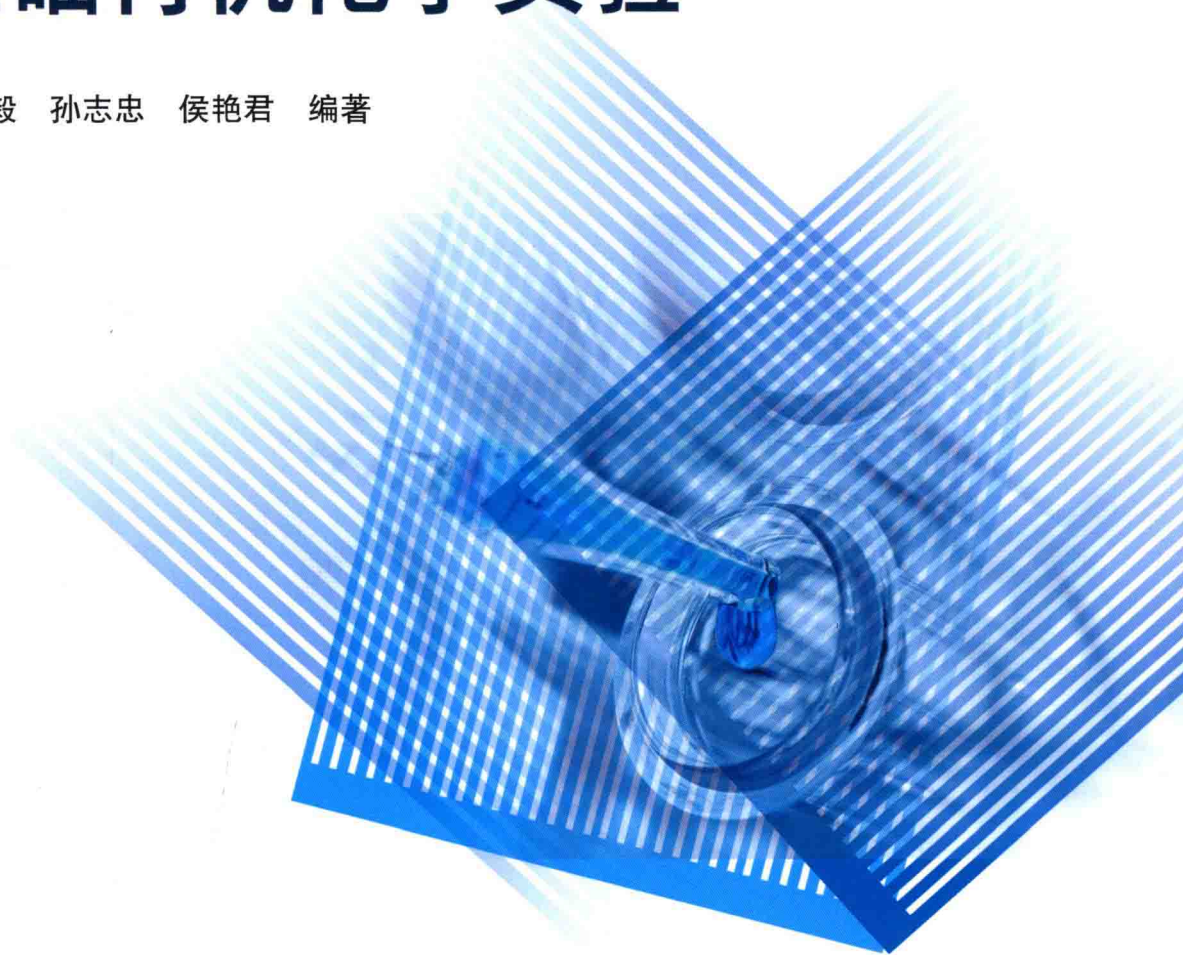


# 基础有机化学实验

初文毅 孙志忠 侯艳君 编著



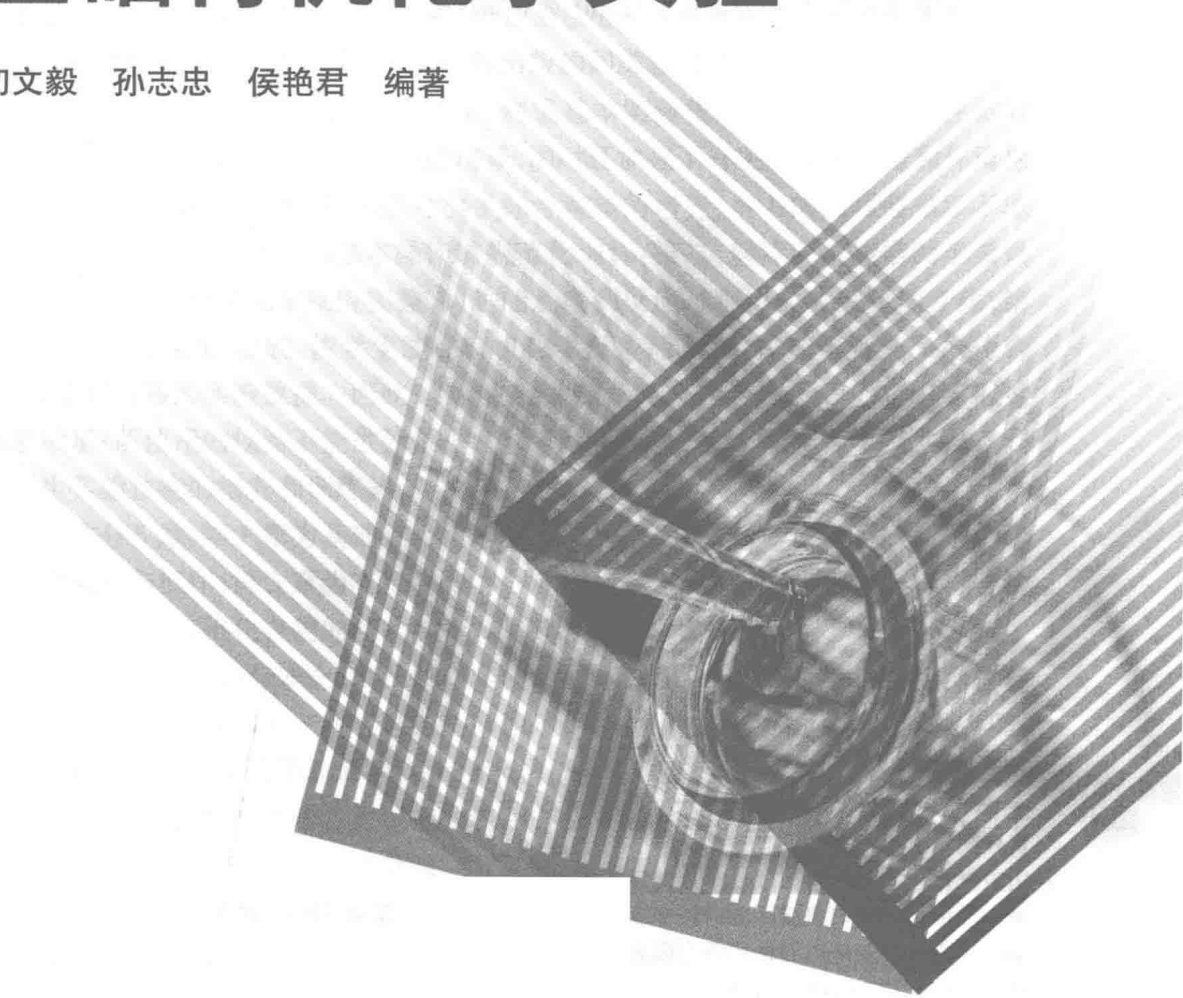
北京大学出版社  
PEKING UNIVERSITY PRESS



黑龙江大学出版社  
HEILONGJIANG UNIVERSITY PRESS

# 基础有机化学实验

初文毅 孙志忠 侯艳君 编著



北京大学出版社  
PEKING UNIVERSITY PRESS



黑龙江大学出版社  
HEILONGJIANG UNIVERSITY PRESS

图书在版编目 (CIP) 数据

基础有机化学实验 / 初文毅, 孙志忠, 侯艳君编著  
— 哈尔滨: 黑龙江大学出版社; 北京: 北京大学出版社, 2016. 8  
ISBN 978-7-5686-0034-7

I. ①基… II. ①初… ②孙… ③侯… 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 175624 号

基础有机化学实验

JICHU YOUJI HUAXUE SHIYAN

初文毅 孙志忠 侯艳君 编著

---

责任编辑 李 卉  
出版发行 北京大学出版社 黑龙江大学出版社  
地 址 北京市海淀区成府路 205 号 哈尔滨市南岗区学府三道街 36 号  
印 刷 哈尔滨市石桥印务有限公司  
开 本 787×1092 1/16  
印 张 18  
字 数 373 千  
版 次 2016 年 8 月第 1 版  
印 次 2016 年 8 月第 1 次印刷  
书 号 ISBN 978-7-5686-0034-7  
定 价 28.00 元

---

本书如有印装错误请与本社联系更换。

版权所有 侵权必究

# 前 言

基础有机化学实验是化学、化工、制药、材料、农学、生物等本科专业的重要基础课之一。本书是黑龙江大学“十二五”规划教材,是为了适应新时期高等教育发展的需要和满足有机化学实验教学改革的需求,编者在总结多年来从事有机化学和半微量有机化学实验教学的经验,参考近年来国内外出版的同类教材的基础上编写而成的。

本书内容以半微量有机化学实验为主,侧重基本实验技能的训练和提高,注重对学生综合实验能力的训练与创新精神的培养,同时还加强了有关实验室安全和环境保护的内容。为了保证教学质量,加强对学生综合素质的培养,本书的编写遵循以下原则:第一,保障有机化学实验的基本操作的规范化训练;第二,保障学生能借助半微量反应仪器进行各种有机化学反应实验,同时能观察到反应过程中的物理化学变化;第三,保障目标化合物的合成,使学生能在有机化学反应后,经过提纯得到纯净的化合物,并能获得合格的实验数据。因此,实验内容的选择要求是半微量反应,但又不能过分追求微量;所使用的仪器不能过分微小,要保障对基本概念和基本操作的训练,以利于对学生实验技能的培养和训练。

全书共分5章:第1章为基础有机化学实验的一般知识;第2章为基础有机化学实验基本原理与操作;第3章为有机化合物合成实验技术;第4章为天然有机化合物的提取;第5章为有机化合物的性质实验。基础有机化学实验的一般知识部分介绍了有机化学实验室的规则与安全,以及一些实验的基本知识;在基础有机化学实验的基本原理及操作部分,介绍了一些实验的基本原理,并对相应的操作方法和要点做了较详尽的介绍。在第2章至第5章中,精心挑选了58个典型的实验,这些实验较全面地涉及了各种实验类型,介绍了各种仪器的使用方法和各种基本操作方法,同时增加了有关实验基本操作的训练,如简单分馏、水蒸气蒸馏和减压蒸馏、薄层色谱、柱色谱等,以利于学生的基本实验技能的提高。在合成实验中增加多步合成实验,包括一些有关杂环的多步合成实验,从而丰富了教学内容,有利于学生综合素质的提高。考虑到随着现代化学分析技术的迅速发展,波谱学技术已成为分析和鉴定有机化合物的主要工具,因此本书还在绝大多数的有机化合物的合成实验中附有产物的红外光谱和核磁共振氢谱。另外在本书中还安排一些文献的检索和实验设计的内容,从而为学生独立从事实验和提高综合素质奠定基础。

本书由初文毅、孙志忠、侯艳君编著。在本书的编写和出版过程中,得到了黑龙江大学化学化工与材料学院应用化学系全体教师的热心指导和支持;另外,也得到化学化工与材料学院基础实验中心的王玉杰、苗守雷老师的关心和帮助,在此一并表示感谢。

由于编写时间仓促和编者的水平有限,错误和遗漏之处在所难免,敬请读者批评与指正。

## 有 查

编 者  
2016年6月

本书在编写过程中,参考了国内外许多文献,在此对原作者表示衷心的感谢。由于编写时间仓促和编者的水平有限,错误和遗漏之处在所难免,敬请读者批评与指正。

# 目 录

第 1 章 基础有机化学实验的一般知识 .....	1
1.1 基础有机化学实验室规则 .....	1
1.2 基础有机化学实验室安全常识 .....	2
1.3 有机化学实验常用仪器和设备 .....	6
1.4 仪器的清洗、干燥和保养 .....	17
1.5 有机化学实验的预习、记录和实验报告 .....	18
1.6 化学废弃物处理 .....	22
1.7 有机化学常用文献资料与网络资源简介 .....	24
第 2 章 基础有机化学实验基本原理与操作 .....	33
2.1 简单玻璃工操作 .....	33
2.2 有机化合物物理常数的测定 .....	36
2.3 有机化学实验的加热、冷却及干燥 .....	44
2.4 液体有机化合物的分离和提纯 .....	53
2.5 固体有机化合物的分离和提纯 .....	72
2.6 萃取 .....	81
2.7 色谱分离技术 .....	84
2.8 有机化合物的结构确定 .....	95
2.9 微型有机化学实验 .....	102
实验 1 简单玻璃工操作 .....	105
实验 2 萘的重结晶及过滤 .....	106
实验 3 乙酰苯胺的重结晶 .....	107
实验 4 熔点测定及温度计校正 .....	109
实验 5 微量法测定液体沸点 .....	110
实验 6 简单蒸馏及液体沸点测定 .....	111
实验 7 无水乙醇的制备及蒸馏 .....	112
实验 8 折光率的测定 .....	113
实验 9 简单分馏 .....	114
实验 10 苯乙酮的减压蒸馏 .....	115
实验 11 八角茴香的水蒸气蒸馏 .....	116
实验 12 苯胺的水蒸气蒸馏与减压蒸馏 .....	118
实验 13 三组分混合物的分离 .....	119

实验 14	薄层色谱	120
实验 15	柱色谱法分离荧光黄和亚甲基蓝	121
<b>第 3 章</b>	<b>有机化合物合成实验技术</b>	<b>123</b>
3.1	有机化合物合成方法的建立	123
3.2	有机化合物的合成	125
3.3	有机合成的转化率与产率	127
实验 16	1, 2 - 二溴乙烷的合成	129
实验 17	正溴丁烷的合成	132
实验 18	环己烯的合成	135
实验 19	7, 7 - 二氯双环[4, 1, 0]庚烷的合成	137
实验 20	三乙基苄基氯化铵的合成	140
实验 21	对氯甲苯的合成	142
实验 22	2 - 甲基 - 2 - 丁醇的合成	144
实验 23	2 - 甲基 - 2 - 己醇的合成	148
实验 24	二苯甲醇的合成	152
实验 25	苯乙醚的合成	154
实验 26	正丁醚的合成	156
实验 27	苯叉丙酮的合成	159
实验 28	二苯酮的合成	161
实验 29	对甲基苯乙酮的合成	163
实验 30	苯乙酮的合成	166
实验 31	肉桂酸的合成	169
实验 32	苦杏仁酸的合成	171
实验 33	呋喃甲醇和呋喃甲酸的合成	174
实验 34	乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成	177
实验 35	乙酸正丁酯的合成	179
实验 36	邻苯二甲酸二丁酯的合成	181
实验 37	乙酰乙酸乙酯的合成	183
实验 38	乙酰苯胺的合成	187
实验 39	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的合成	189
实验 40	苯胺的合成	192
实验 41	2, 6 - 二甲基 - 3, 5 - 吡啶二甲酸二乙酯的合成	194
实验 42	甲基橙的合成	196
实验 43	安息香的合成	200
实验 44	二苯基乙二酮的合成	203
实验 45	5, 5 - 二苯基乙内酰脲的合成	205

实验 46	对氨基苯甲酸乙酯(苯佐卡因)的合成	207
实验 47	2,4-二氯苯氧乙酸(2,4-D)的合成	211
实验 48	文献检索与实验设计	214
<b>第 4 章</b>	<b>天然有机化合物的提取</b>	<b>216</b>
实验 49	从茶叶中提取咖啡因	216
实验 50	从槐花米中提取芦丁	218
实验 51	从丁香中提取丁香酚	220
实验 52	姜油的提取	221
<b>第 5 章</b>	<b>有机化合物的性质实验</b>	<b>224</b>
实验 53	烷、烯、炔的性质	224
实验 54	卤代烃的性质	226
实验 55	醇、酚的性质	227
实验 56	胺的性质	230
实验 57	醛、酮的性质	232
实验 58	糖的性质	234
<b>附 录</b>		<b>238</b>
附录 1	常用有机化学实验仪器	238
附录 2	常见元素的相对原子质量	241
附录 3	常用有机溶剂的纯化	241
附录 4	常用酸碱溶液相对密度及质量分数	246
附录 5	常见危险化学品及有毒有害物质的基本信息和防护措施	249
附录 6	化学实验室经验与教训摘录	273
<b>参考文献</b>		<b>278</b>



# 第 1 章 基础有机化学实验的一般知识

有机化学是一门实验性很强的学科,学习有机化学必须做好基础有机化学实验。基础有机化学实验的教学目的和任务就是让学生正确进行化合物制备实验和性质实验,并培养学生分离和鉴定最终产品的能力;使学生了解现代分析测试仪器的使用;培养学生写出合格实验报告、查阅文献的能力;培养学生掌握基本的实验工作方法,养成良好的工作习惯以及实事求是的科学态度。因此,我们首先介绍一些基础有机化学实验的基础知识,学生在进行基础有机化学实验之前,应当认真学习这部分知识。

## 1.1 基础有机化学实验室规则

为了保证基础有机化学实验课正常、有效、安全进行,保证实验课的教学质量,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) 首次进入有机实验室前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及实验室的有关规定,熟悉实验室的灭火器材、急救药箱等急救工具的放置地点和使用方法。

(2) 每次做实验前,认真预习有关的实验内容及相关的参考资料。写好实验预习报告,方可进入实验室。没有达到预习要求者,不得进行实验。

(3) 每次实验,应先将实验装置安装好,经指导教师检查合格后,方可进行下一步操作。在实验中应熟悉每一步实验操作的目的是和意义、实验的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及实验中应注意的安全问题。

(4) 实验中遵从教师指导,严格按照操作规程操作,严格按照实验所规定的步骤、仪器及试剂规格和用量进行实验,如要改变,必须经指导教师同意。

(5) 实验中要认真操作、积极思考、仔细观察实验现象,如实做好实验记录。实验完成后,由指导教师登记实验结果,并将产品以及废弃物统一回收保管和处理。课后应按及时写出符合要求的实验报告。

(6) 实验过程中应遵守实验室纪律,不得大声喧哗,保持实验室安静,不得擅自离开实验室。在实验室不能穿拖鞋、背心等暴露过多的衣服,应穿实验服。实验室内外

严禁吸烟和吃东西,严禁使用手机等通信工具。

(7) 在实验过程中应保持实验室的环境卫生。爱护公共仪器和工具,并在指定地点使用,保持整洁。要节约水、电和药品。仪器损坏应及时填写报损单,及时更换。废液、废溶剂应倒在指定的容器中统一处理;固体废物应倒在指定垃圾桶内统一处理。

(8) 应经常保持实验室的整洁。暂时不用的仪器,应及时放回实验柜内。实验过程中应及时清洗实验用仪器,保持玻璃仪器的洁净。

(9) 实验结束后,将公用仪器、药品放回原处,并摆放整齐。将个人实验台面打扫干净,玻璃仪器清洗、放好,关闭水、电开关,请指导教师检查后方可离开实验室。值日生及时打扫实验室,检查水、电开关是否关闭,并请指导教师检查后方可离开实验室。

## 1.2 基础有机化学实验室安全常识

在基础有机化学实验中,经常要使用易燃溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮和苯等;还会用到易燃、易爆的气体和药品,如氢气、乙炔和金属有机试剂等;还经常使用有毒药品,如氰化钠、硝基苯和某些有机磷化合物等;还会接触有腐蚀性的药品,如氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等。这些药品若使用不当,就可能发生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外,在进行有机化学实验时,使用的仪器大部分为玻璃仪器,容易破损,引起割伤等事故。另外在使用电器设备时,若处理不当也容易发生事故。当然这些事故是可以预防的。只要实验者树立安全第一的思想,进行认真预习,了解所做实验中用到的药品和仪器的性能与用途、可能出现的问题及预防措施,并严格执行操作规程,就能有效地维护人身安全和实验室的安全,确保实验顺利进行。

### 1.2.1 实验室的安全守则

(1) 实验前做好预习,了解实验所用药品的性能和注意事项。

(2) 实验开始前应检查实验所用仪器是否完好无损,实验装置安装是否正确、稳妥。蒸馏、回流和加热用仪器一定要和大气接通或在与大气相连处外套一气球。

(3) 实验进行时应该经常检查仪器有无漏气、破裂现象发生,随时观察化学反应进行得是否正常。

(4) 易燃、易挥发药品不得放在敞口容器中加热。

(5) 有可能发生危险的实验,在操作时应采取预防措施,如加置防护屏、戴防护眼镜等防护设备。

(6) 实验中所用药品,不得随意散失、遗弃。对反应中产生有害气体的实验,应根据有关规定处理,以免污染环境,影响身体健康。

(7) 实验结束后应及时洗手,严禁在实验室内吸烟、喝水或吃东西。

(8) 应正确使用玻璃管(棒)和温度计。在将它们插入塞子中时,应先检查塞孔尺寸是否合适,然后将玻璃切口熔光,用布裹住并涂少许甘油等润滑剂,再缓缓旋转而入。握玻璃管(棒)的手应尽量靠近塞子,以防玻璃管(棒)折断而割伤皮肤。

(9) 要熟悉实验室的安全用具(如灭火器、沙桶以及急救箱)的放置地点和使用方法,并妥善保管。安全用具及急救药品不准移作他用,或挪动存放位置。

## 1.2.2 实验室事故的预防、处理和急救

### 1.2.2.1 实验室常见事故的预防

#### (1) 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多是易燃的,着火是有机实验室中常见的事故之一。因此在使用易燃有机溶剂时应注意以下几方面:

① 使有机溶剂尽量远离火源,尽量不用明火加热,尤其对于沸点低于  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  的液体,在蒸馏时严禁用明火直接加热,必须牢记“点明火必须远离有机溶剂,操作易燃溶剂必须远离火源”的原则。

② 不能用敞口容器加热和盛放易燃、易挥发的有机溶剂。

③ 在使用易燃、易挥发的有机溶剂时,应保持室内通风,尽量防止或减少易燃气体的外逸。量取易燃溶剂时应在通风橱内进行,同时要远离火源。

④ 易燃、易挥发的废液不得倒入废液缸或垃圾桶中,应做专门回收处理。

⑤ 不得在实验室内存放大量易燃、易挥发的有机溶剂。

⑥ 一旦发生火警,应沉着镇定地采取正确措施,控制事故防止扩大。首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不用水进行扑救。小火可用湿布或石棉布盖熄。火势较大时,使用黄沙、灭火器等将火扑灭。

#### (2) 爆炸的预防

有机化学实验中,发生爆炸事故一般有两种情况:

① 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受碰撞时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时容易发生爆炸;乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸;在空气中混有易燃有机溶剂蒸气或易燃、易爆气体,且它们在空气中的含量达到爆炸极限时,遇明火即可发生燃烧爆炸。

② 仪器安装不正确或操作不当,也可引起爆炸。如蒸馏或分馏实验装置不与大气相通,减压蒸馏使用不耐压的容器,等等。

因此为了防止爆炸事故,应注意以下几方面:

① 在进行常压蒸馏操作时,整个实验装置应有一定的部位通向大气,切勿造成密闭体系;应经常检查反应装置是否被堵塞,一旦发现堵塞,应立即停止加热或反应,及时排除堵塞后再继续加热或反应。

② 在减压蒸馏时,应用耐压的容器做接收器(如圆底烧瓶、吸滤瓶等),不能采用

平底烧瓶或锥形瓶;应经常检查减压系统(如冷阱等),以免堵塞。

③ 无论是常压还是减压操作,均不能将蒸馏液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

④ 使用易燃、易爆药品(如氢气、乙炔和过氧化物等)以及遇水易燃烧、爆炸的物质(如金属钠、钾等)时,应特别小心,应严格按照操作规程操作。

⑤ 对反应过程中反应过于猛烈的物质,应根据反应的特点适当控制加料速度、反应温度并采取冷却措施,同时应注意观察。

⑥ 在开启易挥发液体的瓶塞时,应先充分冷却,然后再开启,同时瓶口应朝向无人处;对于难于开启的瓶塞,应注意瓶内物质的性质,千万不要用火加热或敲击瓶塞。

### (3) 中毒的预防

有机化学药品大多具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而发生的,因此在实验过程中应预防药品的中毒。

① 使用有毒药品时,应认真操作,妥善保管,不许乱放,做到用多少取多少。实验中使用的剧毒药品必须由专人收发,必须遵守操作规程。实验后的有毒残渣,必须做妥善处理,不准乱丢。

② 称量药品时应使用工具(镊子、药匙)或戴橡胶手套,不得直接用手接触,尤其是剧毒品。实验结束后应先洗手后再吃东西,任何药品均不能用嘴品尝。

③ 在反应过程中生成有毒或腐蚀性气体的实验,应在通风橱内进行或进行气体吸收。在使用通风橱时,当反应开始后,不要把头伸进通风橱内。

### (4) 割伤的预防

有机化学实验中主要使用玻璃仪器,经常将玻璃管、温度计等与塞子连接,割伤也是有机化学实验中常见事故之一。

① 玻璃管或温度计与塞子连接时,其用力部位不要离塞子太远,要特别小心。图 1-1(a)、(c)是正确的操作,图 1-1(b)、(d)是不正确的操作。

② 新切断的玻璃管特别锋利,应先将断口处用火烧熔,使其呈圆滑状再使用。

③ 玻璃仪器在安装时,应保持适当的位置,特别是标准磨口仪器,不应使玻璃仪器的任何部位有过度的应力。

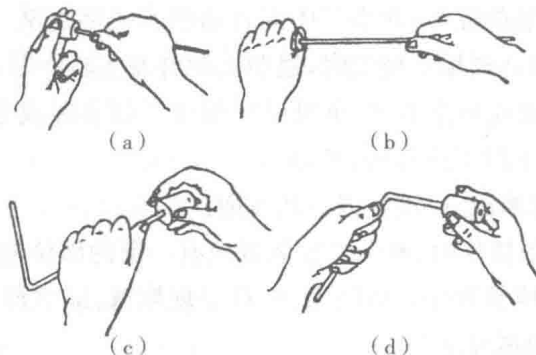


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

### (5) 灼伤的预防

皮肤在接触了高温(如热的物体、火焰、热蒸气)、低温(如固体二氧化碳、液氮)以及腐蚀性物质(如烧碱、浓硫酸、液溴等)时均会被灼伤。因此在实验过程中,要避免皮肤直接与上述物质接触,在使用强腐蚀性物质时,最好要戴上橡胶手套和防护眼镜。

### (6) 用电安全

进入实验室后,应先了解水、电开关的位置及其使用方法。使用电器时,应先将电器设备上的插头与插座连接好后,再打开电源开关。人体不能与电器导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿物接触电源插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。为了防止触电,装置和设备的金属外壳应连接地线。实验完成后,先关掉电源,再拔电源插头。

## 1.2.2.2 实验室常见事故的处理和急救

### (1) 火灾

实验过程中一旦发生火灾,应保持沉着镇静,不必惊慌失措,应采取有效措施,防止事故的扩大。首先切断电源,移开附近的易燃物质。少量溶剂(几毫升,周围无其他易燃物)着火,可任其烧完;锥形瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖灭。小火可用湿布或黄沙盖灭;火较大时,应根据易燃物质的性质和火势采取适当的措施。

常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫灭火器等。

二氧化碳灭火器,是有机实验室常用的一种灭火器。该灭火器钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,适用于扑灭有机物、电器设备及贵重设备着的火。使用时应注意:一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳的喇叭筒把手上。喷出的二氧化碳使压力骤然降低,温度也骤降,因此,不要将手握在喇叭筒上,以免冻伤。

四氯化碳和泡沫灭火器虽然也都有比较好的灭火性能,但由于存在一些问题(如四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸;泡沫灭火器喷出的大量的硫酸氢钠、氢氧化铝污染严重,给后处理带来麻烦),因此,最好不用这两种灭火器。

无论采用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心灭火。

油浴和有机溶剂着火时,不能用水浇,因为用水浇会使火焰蔓延开来。

若衣服着火,切勿在实验室内奔跑,可用较厚的外衣包裹使其熄灭。较严重者应躺在地下(以防火焰烧向头部),用防火毡紧紧包住,直至火熄灭或打开附近的自来水开关,用水冲淋熄灭。

### (2) 割伤

若在实验过程中不慎割伤,应先取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水冲洗后涂上红汞(红药水),用绷带扎住或敷上创可贴、药膏。较大的伤口则应先按紧主血管以防止大量出血,再送医院治疗。

### (3) 灼伤

实验过程中发生灼伤,应根据不同的灼伤情况采取不同的措施。

① 碱灼伤:立即用大量水冲洗,再用 1% ~2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗,严重时涂上烫伤膏。

② 酸灼伤:立即用大量水冲洗,再用 1% 的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。

③ 溴灼伤:立即用大量水冲洗,再用酒精擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

④ 热水烫伤:一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

⑤ 钠灼伤:将可见的小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

以上物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量水冲洗,并及时送医院治疗。

#### (4) 中毒

有毒物质溅入口中尚未咽下者,应立即吐出,再用大量的水冲洗口腔;如有毒物质已被吞下,应根据毒物的性质给以解毒剂,并立即送往医院。

腐蚀性毒物中毒后的应急处理:对于强酸,应先饮用大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,应先饮用大量水,然后服用醋、酸果汁或鸡蛋白。不论是酸或碱中毒,皆宜灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

刺激性及神经性毒物中毒后的应急处理:先喝牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解,再服用一大勺硫酸铜溶液催吐,或用手指深入喉部催吐,然后立即送医院。

吸入有毒气体中毒者,应将其移至室外,解开衣领纽扣。吸入少量氯气或溴蒸气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

### 1.2.3 实验室常用的急救药品

(1) 绷带、纱布、脱脂棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

(2) 凡士林、创可贴、红花油、烫伤药膏及消毒剂等。

(3) 醋酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%或饱和溶液)、医用酒精、甘油、红汞等。

## 1.3 有机化学实验常用仪器和设备

了解实验所用仪器及设备的性能、正确的使用方法和保养方法,是对每一个实验者最基本的要求。现将有机化学实验中比较常见的玻璃仪器、金属用具和其他一些主要仪器设备分别加以介绍。

### 1.3.1 有机化学实验常用玻璃仪器

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,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、冷凝器等。

玻璃仪器一般分为普通玻璃仪器和标准磨口仪器两种。在实验室中常用的普通玻璃仪器有非磨口锥形瓶、烧杯、布氏漏斗、吸滤瓶、普通漏斗、分液漏斗、滴液漏斗等,见图1-2。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三颈瓶、蒸馏头、冷凝管、接引管等,具体形状见图1-2。



图1-2 有机实验室常用普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器

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。使用标准磨口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦,又能避免反应物或产物被塞子污染的危险。磨口塞与标准磨口相配合使密合性提高,可达较高真空度,对蒸馏,尤其对减压蒸馏有利,对于涉及有毒物或挥发性液体的实验较为安全。

标准磨口玻璃仪器均按国际通用的技术标准制造,根据磨口口径分为 10,14,19,24,29,34,40,50 等编号。相同编号的子口与母口可直接连接。当不同编号的部件无法直接组装时,可使用变口接头使之连接起来。当使用 14/30 编号的仪器时,表明仪器的口径为 14 mm,磨口长度为 30 mm。学生使用的常规仪器一般是 19 号的磨口仪器。


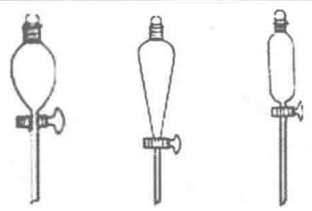
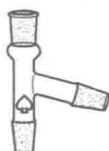
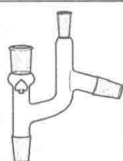
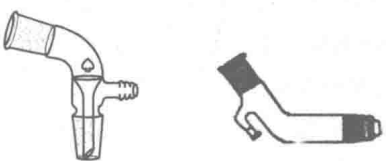

使用化学玻璃仪器时,应注意以下几点:

- ① 使用玻璃仪器时要轻拿、轻放。
- ② 标准磨口应经常注意保持清洁,使用前应用软布擦拭干净,但不能附上棉絮。
- ③ 不能用明火直接加热玻璃仪器(除试管以外),加热时应垫石棉网。
- ④ 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器,如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等。
- ⑤ 玻璃仪器使用完毕后,应及时清洗干净,特别是标准磨口仪器放置时间太久,容易黏结在一起,很难拆开。如发生此情况,可用热水煮黏结处或用热风吹磨口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌轻轻敲打黏结处。玻璃仪器最好自然晾干。
- ⑥ 带旋塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口接触处夹放纸片或涂抹凡士林,以防黏结。
- ⑦ 标准磨口仪器磨口处要干净,不得粘有固体物质。清洗时,应避免用去污粉擦洗磨口,否则会使磨口连接不紧密,甚至会损坏磨口。
- ⑧ 安装仪器时,应做到横平竖直,磨口连接处应不受歪斜的应力,否则仪器会在加热时破裂,甚至在放置时也会崩裂。
- ⑨ 一般使用时,磨口处无须涂润滑剂,以免粘有反应物或产物。但是反应中使用强碱时,则要涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而粘连在一起,无法拆开。当减压蒸馏时,应在磨口连接处涂真空脂,保证装置的密封性。
- ⑩ 使用温度计时,应注意不要用冷水冲洗热的温度计,以免炸裂,尤其是水银球部位,应冷却至室温后再冲洗。不能用温度计搅拌液体或固体物质,以免损坏后泄漏汞或其他有机液体而不好处理。

有机实验中常用的玻璃仪器及其用途和注意事项见表 1-1。



表 1-1 常用玻璃仪器及其用途和注意事项

仪器	用途	注意事项
 <p>梨形瓶      圆底烧瓶      三颈瓶</p>	加热、蒸馏或回流等	磨口必须按标准磨口配套,加热时应置于石棉网或浴液上
 <p>球形分液漏斗      梨形分液漏斗      筒形分液漏斗</p>	萃取、分离和富集两相液体	磨口塞必须原配,不可加热,分液时上口塞要接通大气
 <p>蒸馏头</p>	蒸馏用,下接烧瓶,上插温度计套管,侧接冷凝管	上、下连接的玻璃仪器必须按标准磨口配套
 <p>克氏蒸馏头</p>	一口变两口的连接管,多用于减压蒸馏	磨口按标准磨口配套
 <p>真空接引管      接引管</p>	连接冷凝管和流出液接收瓶,用于减压和常压蒸馏	磨口按标准磨口配套
 <p>双头接引管</p>	蒸馏时要收集不同馏分而又不中断蒸馏所用的接引管,用于减压蒸馏	磨口按标准磨口配套