

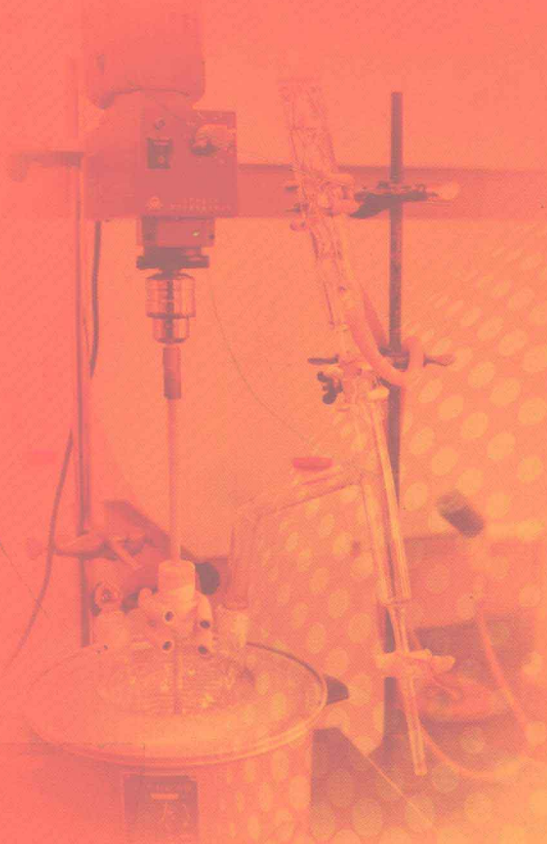


高等院校工科专业  
基础化学实验系列教材

# 有机化学实验

第二版

姜艳 韩国防 主编



化学工业出版社

YUANJI HUAXUE SHIYAN



高等院校工科专业  
基础化学实验系列教材

YOUJI HUAXUE SHIYAN

# 有机化学实验

..... 第二版

姜艳 韩国防 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是大学基础化学实验课适用教材，以有机合成为主线，强化基础知识、基本操作和基本技能训练，将有机化合物物性测定、定性分析和分离方法融于其中。内容包括实验基本技能、经典有机实验、综合与应用性实验、研究性实验等。本书可作为工科院校或综合性大学各相关专业本科学生的基础化学实验教材，对于化工、材料、医药、纺织等行业从事化学工作的实验技术人员也有一定参考意义。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/姜艳，韩国防主编。—2版。—北京：  
化学工业出版社，2010.7  
高等院校工科专业基础化学实验系列教材  
ISBN 978-7-122-08845-1

I. 有… II. ①姜…②韩… III. ①化学实验-高等学校-  
教材②有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O6-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 111566 号

---

责任编辑：刘俊之  
责任校对：战河红

文字编辑：徐雪华  
装帧设计：史利平

---

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）  
印 装：化学工业出版社印刷厂  
787mm×1092mm 1/16 印张 13 字数 337 千字 2010 年 9 月北京第 2 版第 1 次印刷

---

购书咨询：010-64518888(传真：010-64519686) 售后服务：010-64518899

网 址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定 价：25.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

本系列教材是高等院校工科类专业基础化学实验的适用教材，分为《无机与分析化学实验》、《有机化学实验》和《物理化学实验》3册。

教材旨在通过精选实验内容、强化实验操作，使学生熟悉一般化合物的制备、分离和分析方法，加深对化学基本理论、化合物性质及反应性能的理解，掌握化学中的基本实验方法和操作技能，培养学生严谨的科学态度和分析解决实际问题的能力，也为学生学习后续课程打下较为扎实的实验技能基础。

教材尝试突破以往无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等四门实验课各成一体的方式，根据教育部“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”中化学实验教学基本内容，结合“培养工程应用型人才”的目标，以实验基本知识和基本技能为核心，对基础化学实验内容进行了整合、优化与更新。体系上以无机化合物和有机化合物的合成为主线，将各种实验技术和方法融于其中；内容上注意汲取传统实验的精华，注重体现现代实验教学改革的新内容；编排上依照循序渐进的原则，既重视基本训练的重复性，又考虑到学科间的交叉和综合；教材还增加了设计性、研究性实验和双语教学内容，介绍了化学工具书、实验技术参考书、数据库、网上化学信息资源的检索和使用，以期对培养学生的综合能力和创造能力提供帮助。

《有机化学实验》以有机化合物的合成为主线，强调有机化学基本操作和基本技能训练，并将有机物物性测定、结构分析和分离方法融于其中，精选了经典的有机合成实验，增加了综合性实验、研究性实验和双语实验等内容，旨在提高学生的综合能力，培养学生的创新能力，发掘学生的发展潜力，并为有机化学实验的教学改革提供素材。

常州大学有机化学教研室姜艳、韩国防、何光裕、缪春宝、杨海涛、邵莺、李正义等7位教师参与了本书的编写工作，第1、2章由韩国防、李正义编写，第3章由姜艳、何光裕编写，第4章由姜艳、缪春宝、杨海涛编写，附录由邵莺整理。全书由姜艳统稿。

本书编写过程中参考了国内外出版的相关教材，得到了孟启教授、席海涛教授的指导和帮助，化学工业出版社的编辑也给予了大力支持，在此一并表示衷心感谢。

基础化学实验改革是一项十分艰巨的工作，编写基础化学实验教材不仅需要广泛的理论和实验知识，更需要丰富的实践经验，限于编者学识水平和经验，书中疏漏在所难免，恳请同行和读者批评指正。

编者

2010年6月

# 目 录

<b>第 1 章 基本知识</b> .....	1
1.1 实验室安全知识 .....	1
1.1.1 化学品危险类别及标志 .....	1
1.1.2 有毒化学品对人体的危害 .....	1
1.1.3 化学品的火灾与爆炸危害 .....	2
1.1.4 化学品危害预防与控制基本原则 .....	2
1.1.5 实验室安全注意事项 .....	3
1.2 常见玻璃仪器简介 .....	4
1.2.1 常见玻璃仪器简介 .....	4
1.2.2 玻璃仪器的清洗与使用 .....	6
1.2.3 仪器的安装与使用 .....	7
1.3 常用的工具书与 Internet 上的化学数据库 .....	8
1.3.1 常用的工具书 .....	8
1.3.2 主要实验参考书 .....	9
1.3.3 Internet 上的化学数据库 .....	9
<b>第 2 章 基本技能</b> .....	11
2.1 有机反应基本操作 .....	11
2.1.1 加热 .....	11
2.1.2 加热仪器及注意事项 .....	13
2.1.3 冷却 .....	14
2.1.4 搅拌与搅拌装置 .....	15
2.2 分离提纯基本操作 .....	17
2.2.1 普通蒸馏 .....	17
2.2.2 精馏(分馏) .....	19
2.2.3 减压蒸馏 .....	21
2.2.4 水蒸气蒸馏 .....	25
2.2.5 共沸蒸馏 .....	27
2.2.6 重结晶和脱色 .....	27
2.2.7 萃取与洗涤 .....	30
2.2.8 升华 .....	32
2.2.9 干燥与干燥剂 .....	33
2.2.10 薄层色谱、柱色谱和纸色谱 .....	36
2.3 常用分析测试手段 .....	43
2.3.1 熔点的测定 .....	43
实验 2-1 熔点的测定 .....	43

2.3.2 沸点的测定 .....	47
实验 2-2 沸点的测定 .....	47
2.3.3 折射率的测定 .....	50
实验 2-3 折射率的测定 .....	50
2.3.4 色谱分析 .....	52
实验 2-4 乙酸乙酯的测定 .....	52
2.3.5 红外光谱法 .....	54
实验 2-5 2-呋喃甲醇和 2-呋喃甲酸结构测定 .....	60
2.3.6 核磁共振谱 .....	62
<b>第 3 章 基础实验 .....</b>	<b>69</b>
实验 3-1 苯甲酸的精制、熔点测定 .....	69
实验 3-2 乙酰苯胺的合成 .....	70
实验 3-3 阿斯匹林的合成 .....	71
实验 3-4 肉桂酸的制备 .....	73
实验 3-5 呋喃甲醇和呋喃甲酸的合成 .....	76
实验 3-6 氯化三乙基苄基铵的合成 .....	78
实验 3-7 2,4-二氯苯氧乙酸(植物生长素)的合成 .....	79
实验 3-8 对溴乙酰苯胺的合成 .....	81
实验 3-9 2,4-二硝基氯苯的合成 .....	82
实验 3-10 间二硝基苯的制备及其精制 .....	84
实验 3-11 $\beta$ -萘磺酸钠的合成 .....	86
实验 3-12 对甲苯磺酸的制备 .....	88
实验 3-13 二苯酮的合成 .....	89
实验 3-14 2-叔丁基对苯二酚(食用抗氧化剂)的合成 .....	90
实验 3-15 三苯甲醇的合成 .....	92
实验 3-16 己二酸的制备 .....	94
实验 3-17 二苯甲醇的合成 .....	96
实验 3-18 对甲苯胺的合成 .....	98
实验 3-19 间硝基苯胺的制备 .....	100
实验 3-20 氢化肉桂酸的合成 .....	101
实验 3-21 含酚环己烷的提纯 .....	103
实验 3-22 1-溴丁烷的合成 .....	105
实验 3-23 苯甲酸正丁酯的合成 .....	107
实验 3-24 正丁基苯基醚的合成 .....	109
实验 3-25 水杨酸甲酯(冬青油)的合成 .....	110
实验 3-26 乙酸乙酯的制备 .....	112
实验 3-27 正丁醚的合成 .....	114
实验 3-28 溴乙烷的制备(取代反应) .....	115
实验 3-29 溴苯的合成 .....	117
实验 3-30 氯苯的制备 .....	119
实验 3-31 对氯甲苯的合成 .....	121
实验 3-32 硝基苯的合成 .....	123

实验 3-33	苯乙酮的制备	125
实验 3-34	4-苯基-3-丁烯-2-酮的合成(交叉羟醛缩合反应)	127
实验 3-35	环己烯的合成	128
实验 3-36	正丁醛的合成	130
实验 3-37	环己酮的合成	132
实验 3-38	正戊酸的合成	134
experiment 3-39	Synthesis of Acetylsalicylic acid, Aspirin	135
Experiment 3-40	Preparation of Dibenzalacetone (1,5-Diphenyl-1,4-pentadien-3-one)	138
Experiment 3-41	1-Bromobutane	141
<b>第 4 章</b>	<b>中级有机实验</b>	<b>145</b>
实验 4-1	2-甲基-2-己醇的合成	145
实验 4-2	乙酰二茂铁的合成及柱色谱分离	146
实验 4-3	正丁基丙二酸二乙酯的合成	147
实验 4-4	6-硝基-1',3',3'-三甲基吡啶螺苯并吡喃的合成及其光致变色研究	148
实验 4-5	高选择性氟离子识别受体 <i>N</i> -苯甲酰基-4-(4'-硝基苯基偶氮基)苯胺的合成	150
实验 4-6	均三溴苯的合成	152
实验 4-7	二苯乙炔的合成	153
实验 4-8	磺胺吡啶的合成	154
实验 4-9	苯佐卡因的合成	155
实验 4-10	1,1-二苯基-1-丁烯-3-酮的合成	157
实验 4-11	以甲苯为原料的多步骤合成	160
实验 4-12	2-庚酮的合成	163
实验 4-13	咖啡因的提取	164
实验 4-14	黄连素的提取	166
实验 4-15	绿色植物色素的提取及色谱分离	167
实验 4-16	青蒿素系列实验	168
实验 4-17	烟碱的提取	170
实验 4-18	肉桂醛的提取	171
实验 4-19	对氯苯乙酮的制备及其结构的证明	173
实验 4-20	1-溴丁烷的制备中 2-溴丁烷生成机理的探讨	175
<b>附录</b>		<b>178</b>
附录 1	常用有机溶剂的纯化	178
附录 2	部分二元及三元共沸混合物	182
附录 3	常见有机化合物的物理常数	183
附录 4	常用干燥剂	188
附录 5	一些有机反应的通法操作	188
附录 6	英文实验报告的参考	198

# 第 1 章 基本知识

## 1.1 实验室安全知识

有机合成实验所用药品种类繁多，多数具有易燃、易爆、剧毒和腐蚀性强的特点，一旦使用不当，就有可能发生着火、中毒、烧伤、爆炸等事故。如果实验人员具有实验基本常识，掌握正确的操作规程，事故是完全可以避免的。因此，了解一些常用化学危险物品的性质、特点、防护知识和消防安全措施，对于预防和减少因没有掌握化学物品的性质而可能引起的各种火灾爆炸事故有着重要的意义。

### 1.1.1 化学品危险类别及标志

根据《常用危险化学品的分类及标志》(GB 13690—92) 国家标准，危险化学品按其危险性被划分为 8 类、21 项，分别为爆炸品、压缩气体和液化气体（包括易燃气体、不燃气体和有毒气体 3 项）、易燃液体（包括低闪点液体、中闪点液体和高闪点液体 3 项）、易燃固体、自燃物品和遇湿易燃物品（包括易燃固体、自燃物品和遇湿易燃物品 3 项）、氧化剂和有机过氧化物（包括氧化剂和有机过氧化物 2 项）、毒害品和感染性物品（包括毒害品和感染性物品 2 项）、放射性物品以及腐蚀品（包括酸性腐蚀品、碱性腐蚀品和其他腐蚀品 3 项），其标志见图 1-1。



图 1-1 常用危险化学品的分类及标志

### 1.1.2 有毒化学品对人体的危害

化学品对健康的影响从轻微的皮疹到一些急、慢性伤害甚至癌症，危害更严重的是一些引人瞩目的化学灾难事故。因此，了解化学物质对人体危害的基本知识，对于加强化学品管理，防止中毒事故的发生是十分必要的。



### 1.1.2.1 毒物进入人体的途径

毒物可经呼吸道、消化道和皮肤进入体内。凡是以气体、蒸气、雾、烟和粉尘形式存在的毒物，均可经呼吸道侵入体内。脂溶性毒物经表皮吸收后，还需有一定的水溶性，才能进一步扩散和吸收，所以水、脂皆溶的物质（如苯胺）易被皮肤吸收。

### 1.1.2.2 对人体的危害

化学品对人体的危害主要为引起中毒，临床类型有：引起刺激、过敏、缺氧、昏迷和麻醉、全身中毒、致癌、致畸、肺沉着病等。例如，甲醛易被鼻咽部湿润的表面所吸收，会导致火辣辣的感觉；二氧化硫、光气等对气管有强烈的刺激，会出现咳嗽、呼吸困难、痰多等症状；环氧树脂、胺类硬化剂、偶氮染料、煤焦油衍生物和铬酸等与皮肤接触后，会引起皮肤过敏。但化学毒物引起的中毒往往是多器官、多系统的损害，例如，苯急性中毒主要表现为对中枢神经系统的麻醉作用，苯慢性中毒主要表现为对造血系统的损害；三硝基甲苯中毒可出现白内障、中毒性肝病、贫血等。

### 1.1.3 化学品的火灾与爆炸危害

化学品的燃烧与爆炸需要三要素：可燃物、助燃物和点火源。它们必须有正确的比例和在合适的状态下才能燃烧或爆炸。

① 可燃气体、可燃蒸气、可燃粉尘的爆炸危险性 可燃气体、可燃蒸气、可燃粉尘与空气组成的混合物，当遇点火源时极易发生燃烧或爆炸，但并非在任何混合比例下都能发生，而是有固定的浓度范围。在火源作用下，可燃气体、可燃蒸气或粉尘在空气中足以使火焰蔓延的最低浓度称为该气体、蒸气或粉尘的爆炸下限；同理，足以使火焰蔓延的最高浓度称为爆炸上限。例如，乙醇的爆炸范围为 4.3%~19.0%，4.3%称为爆炸下限，19.0%称为爆炸上限。

部分可燃气体、可燃蒸气的爆炸极限见表 1-1。

表 1-1 部分可燃气体、可燃蒸气的爆炸极限

可燃气体、蒸气	爆炸极限/%		可燃气体、蒸气	爆炸极限/%	
	下 限	上 限		下 限	上 限
甲烷	5.3	14	环氧乙烷	3.0	80
乙烷	3.0	12.5	乙醚	1.9	48
乙烯	3.1	32	乙醛	4.1	55
苯	1.4	7.1	丙酮	3.0	11
甲苯	1.4	6.7	乙酸乙酯	2.5	9

② 液体的燃爆危险性 液体的表面有一定数量的蒸气存在，在一定温度下，可燃液体表面上的蒸气和空气的混合物与火焰接触时能闪出火花，但随即熄灭，这种瞬间燃烧的过程叫闪燃。液体能发生闪燃的最低温度叫闪点。闪点是液体可以引起火灾危险的最低温度，液体的闪点越低，它的火灾危险性越大。常见易燃、可燃液体的闪点见表 1-2。

③ 固体的燃爆危险性 有些固体对摩擦、撞击特别敏感，如爆炸品、有机过氧化物，当受到外来撞击或摩擦时，很容易引起燃烧或爆炸；某些固体在常温或稍高温下即能发生自燃，如白磷若暴露在空气中会很快燃烧，再如在合成橡胶干燥工段，若橡胶长期积聚在蒸汽加热管附近，则极易引起橡胶的自燃。

### 1.1.4 化学品危害预防与控制基本原则

很多化学品是有害的，但人类的生活已离不开化学品，如何预防与控制化学品的危害，

防止火灾爆炸、中毒与职业病的发生,就成为必须解决的问题。

表 1-2 常见易燃、可燃液体的闪点

液体名称	闪点/℃	液体名称	闪点/℃	液体名称	闪点/℃
甲醇	9	辛烷	-16	石油醚	-50
乙醇	13	乙二醇	100	原油	-35
丁醇	29	甲苯	4	煤油	30~70
丙酮	-17	苯	-11	重油	80~130
乙醛	-38	氯苯	29		
乙醚	-45	乙酸乙酯	1		

化学品危害预防与控制的基本原则一般包括两个方面:操作控制和管理控制。

① 操作控制 操作控制的目的是通过采取适当的措施,消除或降低工作场所的危害,防止操作人员在正常工作时受到有害物质的侵害。采取的主要措施是替代、变更工艺、隔离、通风、个体防护和卫生。

② 管理控制 管理控制是指按照国家法律和标准建立起来的管理程序和措施,是预防工作场所中化学品危害的一个重要方面。管理控制主要包括:危害识别、安全标签、安全技术说明书、安全贮存、安全传送、安全处理与使用、废物处理、接触监测、医学监督和培训教育。

### 1.1.5 实验室安全注意事项

(1) 实验前要了解电源、消防栓、灭火器、紧急洗眼器的位置及正确的使用方法;了解实验室安全出口和紧急情况时的逃生路线。

(2) 实验时要身着长袖、过膝的实验服,不准穿拖鞋、大开口鞋和凉鞋。不准穿底部带铁钉的鞋。

(3) 长发(过衣领)必须束起或藏于帽内。做实验期间必须戴防护镜。

(4) 实验室内严禁饮食、吸烟。一切化学药品严禁入口。

(5) 水、电、煤气使用完毕后,应立即关闭。

(6) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。用浓  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HClO}_4$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$  等溶解样品时均应在通风橱中进行操作,不准在实验台上直接进行操作。

(7) 使用乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等易燃有机溶剂时,要远离火焰和热源,且用后应倒入回收瓶(桶)中回收,不准倒入水槽中,以免造成污染。

(8) 使用易燃、易爆气体(如氢气、乙炔等)时,要保持室内空气流通,严禁明火并应防止一切火星的发生。如由于敲击、电器的开关等所产生的火花。有些机械搅拌器的电刷极易产生火花,应避免使用,禁止在此环境内使用移动电话。

(9) 开启存有挥发性药品的瓶塞和安瓿时,必须先充分冷却然后再开启(开启安瓿时需要用布包裹);开启时瓶口须指向无人处,以免液体喷溅而遭致伤害。如遇到瓶塞不易开启时,必须注意瓶内贮物的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞。

(10) 汞盐、钡盐、铬盐、 $\text{As}_2\text{O}_3$ 、氰化物以及  $\text{H}_2\text{S}$  气体毒性较大,使用时要特别小心。由于氰化物与酸作用,放出的  $\text{HCN}$  气体有剧毒,因此,严禁在酸性介质中加入氰化物!

(11) 分析天平、分光光度计、酸度计等化学实验室中常用的精密仪器,使用时应严格按照规定进行操作。用后应拔去电源插头,并将仪器各部分旋钮恢复到原来位置。

(12) 割伤是实验中最常见的事故之一。为了避免割伤应注意以下几点：玻璃管（棒）切断时不能用力过猛，以防破碎。截断后断面锋利，应进行熔光；清扫桌面上碎玻管（棒）及毛细管时，要仔细小心；将玻璃管（棒）或温度计插入塞子或橡皮管中时，应先检查塞孔大小是否合适；并将玻璃管（棒）或温度计上沾点水或用甘油润滑，再用布裹住后逐渐旋转插入；拿玻璃管的手应靠近塞子，否则易使玻璃管折断，从而引起严重割伤。发生割伤事故要及时处理，取出伤口内的玻璃渣，用水洗净伤口，涂以碘酒或红汞药水，或用创可贴贴紧，严重者要送医院治疗。

(13) 如发生烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

(14) 实验室如发生火灾，应根据起火的原因有针对性的灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用水灭火；汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用沙土扑灭，此时绝不能用水，否则反而扩大燃烧面；导线和电器着火时，应首先切断电源，不能用水和二氧化碳灭火器，应使用  $\text{CCl}_4$  灭火器灭火；衣服着火时，忌奔跑，应就地躺下滚动，或用湿衣服在身上抽打灭火。

(15) 使用煤气灯时应先将空气孔关闭，再点燃火柴。然后一边打开煤气开关，一边点火。不允许先打开煤气灯，再点燃火柴。点燃煤气灯后，调节好火焰，用后立即关闭。

(16) 使用电器设备时，切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用，以免触电。

## 1.2 常见玻璃仪器简介

### 1.2.1 常见玻璃仪器简介

有机合成实验常用的玻璃仪器，可分为普通仪器和标准磨口仪器两大类。普通仪器有试管、烧杯、烧瓶、容量仪器、布氏漏斗、玻璃漏斗、吸滤瓶等；而标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口烧瓶、分液漏斗、滴液漏斗、冷凝管、蒸馏头、接引管等。目前普通仪器中大部分已被标准磨口仪器所取代，因此这里主要介绍标准磨口仪器。

在有机合成实验及有机半微量分析、制备及分离中，常用带有标准磨口的玻璃仪器，总称为标准磨口仪器。常用标准磨口仪器的形状、用途与普通仪器基本相同，只是具有国际通用的标准磨口和磨塞。常用的一些标准磨口仪器见图 1-2。

标准磨口仪器根据容量的大小及用途有不同编号，按磨口最大端直径（mm）分为 10，14，19，24，29，34，40，50 八种。也有用两个数字表示磨口大小的，如  $\phi 10/19$  表示此磨口最大直径为 10mm，磨口面长度为 19mm。相同编号的磨口和磨塞可以紧密相接，因此可按需要选配和组装各种型式的配套仪器进行实验。这样既可免去配塞子及钻孔等手续，又能避免反应物或产物被软木塞或橡皮塞所沾污。

使用标准磨口仪器时必须注意以下事项：

(1) 磨口处必须洁净，若粘有固体物质则使磨口对接不紧密，导致漏气，甚至损坏磨口。

(2) 用后应拆卸洗净，否则放置后磨口连接处常会粘住，难以拆开。

(3) 一般使用时磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物。若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而粘住，无法拆开。

(4) 安装时，应注意磨口编号，装配要正确、整齐，使磨口连接处不受应力，否则仪器易折断或破裂，特别在受热时，应力更大。

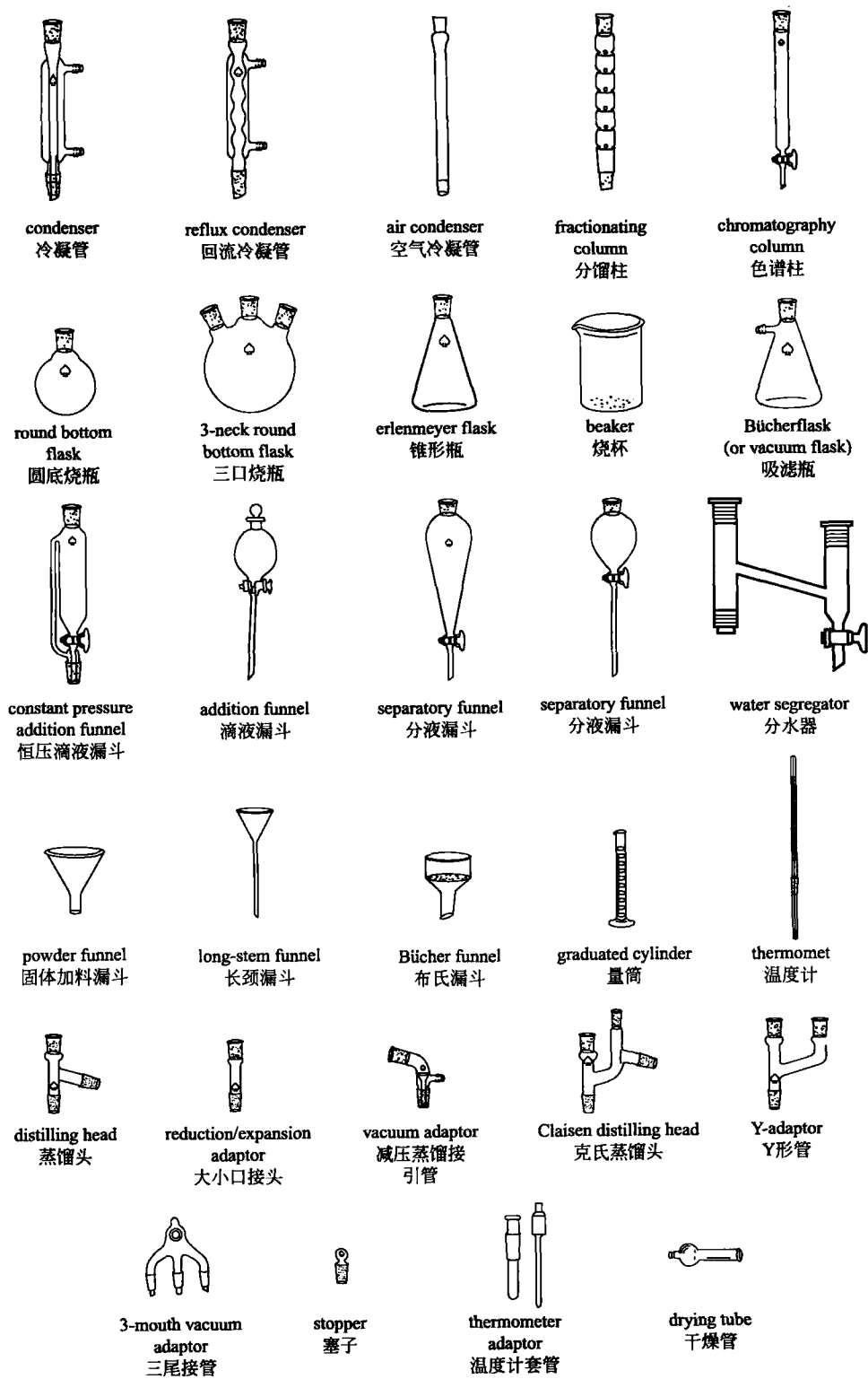


图 1-2 各种标准磨口仪器

## 1.2.2 玻璃仪器的清洗与使用

有机合成实验使用的各种玻璃仪器的性能不同，所以必须掌握它们的性能、洗涤方法和使用方法，才能保证实验效果，避免不必要的损失。

### 1.2.2.1 玻璃仪器的清洗

可根据玻璃仪器污染情况，采用相应的铬酸洗液、盐酸溶液、碱液、合成洗涤液、有机溶剂洗涤液或超声波等来进行清洗。

### 1.2.2.2 主要玻璃仪器的使用注意事项

#### (1) 烧瓶

烧瓶的加热应在石棉网上、水浴中或油浴中进行。

① 平底烧瓶：适于配制和贮存溶液，但不能用于减压实验。

② 圆底烧瓶：能耐热和承受反应物（或溶液）沸腾以后所发生的冲击震动。在有机化合物的合成和蒸馏实验中最常使用，也常用作减压蒸馏的接收器。

③ 梨形烧瓶：性能和用途与圆底烧瓶相似。它的特点是在合成少量有机化合物时在烧瓶内保持较高的液面，蒸馏时残留在烧瓶中的液体少。

④ 三口烧瓶：适用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌器，两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

⑤ 锥形烧瓶（锥形瓶）：常用于滴定以及有机溶剂进行重结晶的操作，或有固体产物生成的合成实验中，因为生成的固体物容易从锥形烧瓶中取出来；也常用作常压蒸馏实验的接受器，但切不可用作减压蒸馏实验的接受器。

⑥ 克氏（Claisen）蒸馏烧瓶：常用于减压蒸馏，正口安装毛细管，带支管的侧口插温度计。

#### (2) 冷凝管

① 直形冷凝管：主要用于蒸馏物质的沸点在  $140^{\circ}\text{C}$  以下，使用时要在套管内通水冷却，但超过  $140^{\circ}\text{C}$  时，它的内管与外管的接合处容易炸裂。

② 空气冷凝管：当蒸馏物质的沸点高于  $140^{\circ}\text{C}$  时，常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

③ 球形冷凝管：其内管的冷却面积较大，对蒸气的冷凝有较好的效果，适用于加热回流的实验。

④ 蛇形：其内管的冷却面积最大，冷却效果更好。

冷凝管通水后很重，所以安装冷凝管时应将夹子夹在冷凝管的重心处，以免翻倒。

洗刷冷凝管时要用特制的长毛刷，如用洗涤液或有机溶液洗涤时，则用软木塞塞住一端。冷凝管不用时，应直立放置，使之干燥。

#### (3) 漏斗

① 三角漏斗：在普通过滤时使用。

② 分液漏斗：用于液体的萃取、洗涤和分离，有时也可用于滴加试剂。

③ 滴液漏斗：能把液体逐滴地加入反应器中，即使漏斗的下端浸没在液面下，也能够明显地看清滴加的速度。

④ 恒压滴液漏斗：用于合成反应实验的液体加料操作，也可用于简单的连续萃取操作。

⑤ 热滤漏斗：也称保温漏斗，用于需要保温的过滤。它是在普通漏斗的外面装上一个铜质的外壳，外壳与漏斗之间装热水，或者用煤气灯加热侧面的支管，以保持所需要的温度。

⑥ 安全漏斗：便于随时加入液体，常用于气体的制备。

⑦ 布氏 (Büchner) 漏斗: 是瓷质的多孔板漏斗, 在减压抽滤时使用。若减压过滤少量物质可用赫氏漏斗或玻璃钉漏斗。

⑧ 砂芯玻璃漏斗: 用于过滤具有强氧化性或强酸性的物质, 但不适用于过滤碱性溶液。

分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂口的, 若非原配的, 就可能不严密, 所以, 使用时要注意保护它; 各个分液漏斗之间也不要相互调换。用后一定要在活塞或盖子与磨砂口之间垫上纸片, 以免日后难于打开。

砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗, 否则, 难于洗净。玻璃砂滤板孔径不是太小的可用强烈的水流冲洗; 孔径较小的则用抽滤方法冲洗。

## 1.2.3 仪器的安装与使用

### 1.2.3.1 仪器的连接

在有机合成实验装置中, 所用玻璃仪器相互间的连接一般采用两种形式: 一种是靠橡皮塞或木塞相连接, 另一种是靠仪器本身的磨口相连接。

#### (1) 塞子连接

连接两件玻璃仪器的塞子有软木塞和橡皮塞两种。取用的塞子应与仪器接口尺寸相匹配, 一般以塞子的  $1/2 \sim 2/3$  能插入仪器接口内为宜。塞子质料的选择应取决于被处理物质的性质 (如腐蚀性、溶解性等) 以及仪器的使用情况 (如在低温还是高温、在常压下还是减压下进行操作)。一旦选定合适的塞子后, 采用适当孔径的打孔器钻孔, 再将玻璃管等连接部位插入塞子孔中, 即可把仪器相互连接起来。

#### (2) 标准磨口连接

除了少数玻璃仪器 (如分液漏斗的旋塞和活塞, 其磨口部位是非标准磨口) 外, 绝大多数玻璃仪器上的磨口均是标准磨口。我国标准磨口是采用国际通用技术标准, 常用的是锥形标准磨口。玻璃仪器的容量大小及用途不同, 可采用不同尺寸的标准磨口。常用的标准磨口系列见表 1-3。

表 1-3 常见标准磨口玻璃仪器系列

编号	10	12	14	19	24	29	34
大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

编号的数值是磨口大端直径 (用 mm 表示) 的圆整后的整数值。每件仪器上带内磨口还是外磨口应取决于仪器的用途。带有相同编号的一对磨口可以互相连接的非常严密。带有不同编号的一对磨口需要用一个大号接头或小号接头过渡才能比较紧密连接。

使用标准磨口仪器时应注意以下事项。

① 必须保持磨口表面清洁, 特别是不能沾有固体杂质, 否则磨口不能紧密连接。硬质沙粒还会给磨口表面造成永久性的损伤, 破坏磨口的严密性。

② 标准磨口仪器使用完毕必须立即拆卸、洗净, 各个部件分开存放, 否则磨口的连接处会发生粘接, 难于拆开。非标准磨口部件 (如滴液漏斗的旋塞) 不能分开存放, 应在磨口间夹上纸条, 以免日久粘接。

盐类或碱类溶液会渗入磨口连接处, 蒸发后析出固体物质, 易使磨口粘接, 所以不宜用磨口仪器长期存放这些溶液。使用磨口装置处理这些溶液时, 应在磨口涂润滑剂 (如凡士林、真空活塞脂或硅脂)。

③ 在常压下使用时, 磨口一般无需使用润滑剂以免玷污反应物或产物。为防止粘接, 也可在磨口靠大端的部位涂敷少量的润滑剂 (如凡士林、真空活塞脂或硅脂)。如果要处理

盐类溶液或强碱性物质，则应将磨口的全部表面涂上一薄层润滑脂。

减压蒸馏使用的磨口仪器必须涂润滑脂（真空活塞脂或硅脂）。在涂润滑脂之前，应将仪器洗刷干净，磨口表面一定要干燥。

从内磨口涂有润滑脂的仪器中倾出物料前，应先将磨口表面的润滑脂用有机溶剂擦拭干净（如用脱脂棉或滤纸蘸石油醚、乙醚、丙酮等易挥发的有机溶剂），以免物料受到污染。

④ 只要正确遵循使用规则，磨口很少会打不开。一旦发生粘接，可采取以下措施。

a. 将磨口竖立，往上面缝隙间滴几滴甘油。如果甘油能慢慢地渗入磨口，最终能使连接处松开。

b. 用热风吹，用热毛巾包裹，或在教师指导下小心地用灯焰烘烤磨口的外部几秒钟（仅使外部受热膨胀，内部还未热起来），再试验能否将磨口打开。

c. 将粘接的磨口仪器放在水中逐渐煮沸，常常也能使磨口打开。

d. 用木板沿磨口轴线方向轻轻地敲外磨口的边缘，振动磨口也会松开。如果磨口表面已被碱性物质腐蚀，粘接的磨口就很难打开了。

### 1.2.3.2 仪器的安装

有机合成实验常用的玻璃仪器装置，一般都用铁夹依次固定于铁架台上。铁夹的双钳应垫有橡皮、绒布等软性物质，或者缠上石棉绳、布条等。若铁钳直接夹住玻璃仪器，则容易将仪器夹坏。

用铁夹固定玻璃器皿时，先用手指将双钳夹紧，再拧紧铁夹上的螺丝，做到夹物不松不紧。

装置组装得正确应该是：从正面看，冷凝管和桌面垂直，其他仪器顺其自然；从侧面看，所有仪器处在同一个平面上。

总的来说，仪器安装应遵循“先下后上，从左到右”的原则，做到正确、整齐、稳妥。而拆卸装置时，按装配相反的顺序逐个拆除，在松开一个铁夹子时，必须用手托住所夹的仪器，特别是像恒压滴液漏斗等倾斜安装的仪器，决不能让仪器的质量对磨口施加侧向压力，否则仪器就要损坏。同时在常压下进行操作的仪器装置必须有一处与大气相通。

## 1.3 常用的工具书与 Internet 上的化学数据库

### 1.3.1 常用的工具书

(1) 《有机化学词典》，北京大学化学系有机化学教研室编，科学出版社，1987。

该书收录了有机化学方面的词汇 1100 余条，包括理论、反应、化合物和分析方法等四部分，书末附汉语拼音索引和英文索引。

(2) 《有机合成事典》，樊能廷，北京理工大学出版社，1992。

收录了 1700 余种有机化合物，对于每一种有机化合物，介绍品名、化学文摘登记号、英文名、别名、分子式、理化性质、合成反应、操作步骤和参考文献等内容。

(3) 《有机化学实验常用数据手册》，吕俊民，大连理工大学出版社，1997。

内容包括化合物的物理常数、蒸气压、溶解度、离解常数、某些热力学数据以及有关毒性和安全数据等。

(4) 《The Merck Index》（默克索引）

该索引原为 Merck 公司的药品目录，现已成为一本化学药品、药物和生理活性物质的百科全书，条目中包括化合物的名称、商品代号、结构式、来源、物理常数、性质、用途、

毒性及参考书等。

(5) 《Dictionary of Organic Compounds》(有机化合物词典)

这本《有机化合物词典》是由 I. Heilbron 于 1934~1937 年主编出版了第 1 版, 1982 年由 J. Buckingham 主编了第 5 版。包含了近 10 万种化合物的资料, 刊载化合物的分子式、结构、理化常数(熔点、沸点和密度等)、合成方法、用途、参考文献等。1964 年, 科学出版社有中译本出版, 名为《汉译海氏有机化合物词典》。

(6) 《Beilstein Handbuch der Organischen Chemie》(贝尔斯坦有机化学大全)

它是目前有机化合物资料收集得最齐全的手册, 收录了一百多万有机化合物的性质、结构、制备等数据和信息。

(7) 《Atlas of Spectral Data and Physical Constants for Organic Compounds》(有机化合物光谱数据和物理常数汇集)。

这本汇集是由美国化学橡胶公司(简称 CRC)于 1973 年出第 1 版, 1975 年出第 2 版, 收录了 21000 种有机化合物的物理常数, 以及红外、紫外、核磁共振和质谱四大光谱数据。

### 1.3.2 主要实验参考书

(1) 周科衍, 高占先. 有机化学实验. 第三版. 北京: 高等教育出版社, 1996。

(2) 兰州大学、复旦大学化学系有机化学教研室. 王清廉, 沈凤嘉修订, 有机化学实验. 第二版. 北京: 高等教育出版社, 1994。

(3) 关焯第, 李翠娟, 葛树丰修订. 有机化学实验. 第二版. 北京大学化学学院有机化学研究所编. 北京: 北京大学出版社, 2002。

(4) 曾昭琼. 有机化学实验. 北京: 高等教育出版社, 2000。

(5) 方珍发. 有机化学实验. 南京: 南京大学出版社, 1992。

### 1.3.3 Internet 上的化学数据库

数据库的概念是在 20 世纪 50 年代末、60 年代初提出的, 在 70 年代得到了迅速的发展, 80 年代以后在我国得到了广泛的应用, 如国民经济、文化教育、企业管理及办公自动化等方面。由于化学化工文献的数量浩如烟海, 如何把化学信息组织得当, 形成能迅速、准确和全面检索的数据库是一大难题, 化学工作者和计算机专家一起成功地解决了这一难题。

具有主题目录的搜索引擎(如 Yahoo.com、Google.com 等)或大多数的化学宏站点均有这方面的链接, 可以用关键词“database”和“chemical”或结合其他一些化学主题词进行搜索, 当然最好利用化学化工宏站点进行浏览, 下面列出几个数据库资源收集得较好的宏站点。

(1) 化学信息网 ChIN (Chemical Information Network) 中的数据库资源

网址为 <http://www.chinweb.com.cn>

此站点为中国国家科学数字图书馆化学学科信息门户, 是由中国科学院过程工程研究所(前身为中国科学院化工冶金研究所)李晓霞等建立的化学宏站点, 化学数据库是 ChIN 网页的重点收集主题, 内容相当详细。化学数据库分为材料数据库、化学反应数据库、化学工业相关的数据库、化学品目录、化学文献数据库、环境化学数据库、图谱数据库、物性数据库、物质安全数据库、与高分子有关数据库、与药物有关数据库、中国的化学数据库等 18 类, 查找非常方便。

(2) ChemDex (<http://www.shef.ac.uk/chemistry/chemdex/>) 中的数据库资源

此站点由英国 Sheffield 大学 Mark Winter 设计, 是著名的化学宏站点之一。



- (3) 剑桥软件的 ChemFinder 网络服务器 (<http://chemfinder.camsoft.com>) 自动收集网上化合物的信息, 对于每个化合物都包括分子结构数据和物理化学数据。
- (4) CHEMINFO (<http://www.indiana.edu/~cheminfo/>) 中的数据库资源 此站点由 indiana 大学 Gary Wiggins 设计有关化学宏站点, 十分详细。
- (5) <http://www.cas.org/>

该站点是世界上最大、最具综合性的化学信息数据库, 主要数据库产品 CHEMICAL ABSTRACTS(CA) 和 REGISTRY 包括 1300 多万条与化学有关的文献及专利摘要, 1600 多万种物质。