

第一部分

有机化学实验基本要求



1.1 有机化学实验的教学目的

有机化学实验是化学学科的一个组成部分,是一门十分有趣的实践性课程。它经过长期的发展和实践,现已形成了独立的教学体系,并且随着新的实验技术不断出现,这门实验课程正在向用量少、效率高、绿色化的方向发展。

有机化学实验教学的主要目的是:

- (1) 比较全面、系统地对学生进行有机化学实验基本操作技能的训练。
- (2) 验证、巩固和加深课堂所学的基础理论知识。
- (3) 培养学生分析问题、解决问题的独立工作能力。
- (4) 培养学生理论联系实际、实事求是、严肃认真的科学态度和良好的实验室工作习惯。

为达到上述目的,要求学生必须努力做到:

- (1) 实验前做好充分的预习,了解并掌握每个实验目的、原理及操作中的注意事项,写出预习报告。
- (2) 合理地安排好实验全过程的工作程序,有效地利用时间,在规定学时内完成每个实验。
- (3) 在实验过程中要认真观察实验现象,对实验中出现的各种现象进行合理的、有创造性的解释。

1.2 有机化学实验的基本规则

为使有机化学实验有条不紊、安全地进行,必须遵循以下规则:

- (1) 熟悉实验室的安全规则,学会正确使用水、电、煤、通风橱、灭火器等,了解实验事故的一般处理方法。做好实验的预习工作,了解所用药品的危害性及安全操作方法,按操作规程,小心使用有关实验仪器和设备,若有问题应立即停止使用。
- (2) 实验前,认真清点、检查玻璃仪器;实验中,安全合理地使用玻璃仪器;实验后,洗净并妥善保管玻璃仪器,尤其应学会玻璃仪器的洗涤方法。
- (3) 实验时,要保持实验室和桌面的清洁,认真操作,遵守实验纪律,严格按照实验中所规

定的实验步骤、试剂规格与用量来进行。若要改变,需经老师同意方可进行。

(4) 实验药品使用前,应仔细阅读药品标签,按需取用,避免浪费;取完药品后要迅速盖上瓶塞,避免搞错瓶塞,污染药品。不要任意更换实验室常用仪器(如天平、干燥器、折射仪等)和常用药品的摆放位置。

(5) 整个实验操作过程中要集中思想,避免大声喧哗,不要在实验室吃东西。

(6) 实验中和实验后,各类固体废物和液体废物应分别放入指定的废物收集器中。

(7) 离开实验室前,应检查水电煤是否安全关闭。

1.3 药品使用规则与有机化学实验须知

1. 药品使用规则

(1) 不论是做性质实验还是做合成实验,都必须严格按所规定的药品用量进行实验,不得随意改动,以免影响实验效果。

(2) 在量取药品时应注意:

① 用滴管(或移液管)吸取液体药品时,滴管一定要干净,以免污染药品。

② 固体药品应用洁净、干燥的药匙取用,用后应将药匙擦拭干净。

③ 量取药品时如过量,其过量部分可供其他人使用,不可随意丢弃,更不可倒入原试剂瓶中,以免污染药品。

④ 药品用过后应立即盖好瓶盖,放回原处。

⑤ 公用药品应在指定地点使用,不可挪为己用。

(3) 在实验过程中,未经老师允许不得私自取药品重做实验。

(4) 使用有毒、强腐蚀性等药品时,必须严格按有关规定操作。

2. 有机化学实验须知

(1) 学生要提前 5 分钟进入实验室,实验时必须穿实验服。

(2) 实验前必须写好预习报告,预习报告不合格不允许做实验。做实验时只能看预习报告,不能看实验教材。

(3) 实验时必须听从实验教师的指导,不听从指导者,教师有权停止其实验,本次实验按不及格论处。

(4) 学生不能自己擅自决定重做实验,否则本次实验按不及格论处。

(5) 实验中不得有任何作弊行为,否则本课程按不及格论处。

2.1 实验室的安全事故的预防与处理

在有机化学实验中,经常要使用易燃溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮和苯等;易燃易爆的气体 and 药品,如氢气、乙炔和金属有机试剂等;有毒药品,如氰化钠、硝基苯、甲醇和某些有机磷化合物等;有腐蚀性的药品,如氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、氢氧化钠及溴等。这些药品若使用不当,就有可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外,玻璃器皿、煤气、电器设备等使用或处理不当也会产生事故。但是,这些事故都是可以预防的。只要实验者树立安全第一的思想,认真预习和了解所做实验中用到的物品和仪器的性能、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和实验室的安全,确保实验的顺利进行。下列事项应引起高度重视,并予切实执行。

2.1.1 实验时的一般注意事项

- (1) 实验前须做好预习,了解实验所用药品的性能及危害和注意事项。
- (2) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。蒸馏、回流时,反应体系要和大气接通或在大气相接处套一气球。
- (3) 实验进行时应该经常注意仪器有无漏气、破裂,反应进行是否正常等情况。
- (4) 易燃、易挥发物品,不得放在敞口容器中加热。
- (5) 有可能发生危险的实验,在操作时应加置防护屏或戴防护眼镜、面罩和手套等防护设备。
- (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,应按规定处理,以免污染环境,影响身体健康。
- (7) 实验结束后要及时洗手。严禁在实验室内吸烟、喝水和吃食品。
- (8) 玻璃管(棒)或温度计插入塞中时,应先检查塞孔大小是否合适,然后将玻璃切口熔光,用布裹住并涂少许甘油等润滑剂后再缓缓旋转而入。握玻璃管(棒)的手应尽量靠近塞子。以防因玻璃管(棒)折断而割伤皮肤。
- (9) 要熟悉安全用具如灭火器、砂桶以及急救箱的放置地点和使用方法,并妥加保管。安全用具及急救药品不准移作它用,或挪动存放位置。

2.1.2 火灾、爆炸、中毒及触电事故的预防

(1) 实验中使用的有机溶剂大多是易燃的,因此,着火是有机化学实验中常见的事故。防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能离得远些,尽量不用明火直接加热。盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源。数量较多的易燃有机溶剂应放在危险药品橱内,而不存放在实验室内。

回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放。否则在过热溶液中加入沸石会导致液体突然沸腾,冲出瓶外而引起火灾。不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、水浴或电热套(帽)。冷凝水要保持畅通,若冷凝管忘记通水,大量蒸气来不及冷凝而逸出,也易造成火灾。在反应中添加或转移易燃有机溶剂时,应暂时熄火或远离火源。切勿用敞口容器存放、加热或蒸除有机溶剂。因事离开实验室时,一定要关闭自来水和热源。

(2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时即具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇有明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气都较空气的密度大。会沿着桌面或地面飘移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸中。量取易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)的装置,要防止漏气,接受器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。

常用易燃溶剂蒸气爆炸极限如表 2.1 所示。

表 2.1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名 称	沸点/℃	闪燃点/℃	爆炸范围(体积分数/%)
甲 醇	64.96	11	6.72~36.50
乙 醇	78.5	12	3.28~18.95
乙 醚	34.51	-45	1.85~36.5
丙 酮	56.2	-17.5	2.55~12.80
苯	80.1	-11	1.41~7.10

(3) 使用易燃、易爆气体,如氢气、乙炔等时要保持室内空气畅通,严禁明火,并应防止一切火星的发生,如由于敲击、鞋钉摩擦、静电摩擦、电动机碳刷或电器开关等所产生的火花。易燃气体爆炸极限如表 2.2 所示。

表 2.2 易燃气体爆炸极限

气 体		空气中的含量(体积分数/%)
氢 气	H ₂	4~74
一氧化碳	CO	12.50~74.20
氨	NH ₃	15~27
甲 烷	CH ₄	4.5~13.1
乙 炔	HC≡CH	2.5~80

(4) 煤气开关应经常检查,并保持完好。煤气灯及其橡皮管在使用时亦应仔细检查。发现漏气应立即熄灭火源,打开窗户,用肥皂水检查漏气地方。若不能自行解决时,应急告指导教师,马上抢修。

(5) 常压操作时,应使全套装置有一定的地方通向大气,切勿造成密闭体系。减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器,不可用锥形瓶,否则可能会发生炸裂。加压操作时,如使用高压釜、封管等,要有一定的防护措施,并应经常注意釜内压力有无超过安全负荷,选用封管的玻璃厚度是否适当、管壁是否均匀。

(6) 有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心。存放药品时,应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开存放。

(7) 开启贮有挥发性液体的瓶塞和安瓶时,必须先充分冷却,然后开启(开启安瓶时需用布包裹),开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而遭致伤害。如遇瓶塞不易开启时,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等。

(8) 有些实验可能生成有危险性的化合物,操作时需特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性,如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等,使用时须严格遵守操作规程,防止蒸干溶剂或震动。有些有机化合物如醚或共轭烯烃,久置后会生成易爆炸的过氧化物,须特殊处理后才能应用。

(9) 当使用有毒药品时,应认真操作,妥为保管,不许乱放,做到用多少、领多少。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣,必须作妥善而有效的处理,不准乱丢。

(10) 有些有毒物质会渗入皮肤,因此在接触固体或液体有毒物质时,必须戴橡皮手套,操作后立即洗手。切勿让毒品沾及五官或伤口,例如氰化物沾及伤口后就会随血液循环全身,严重者会造成中毒死亡事故。

(11) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验,应在通风橱内进行。使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,当实验开始后,不要把头伸入橱内。

(12) 使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿的手或手握湿物接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验完后先切断电源,再将连接电源的插头拔下。

2.1.3 事故的处理和急救

1. 火灾

一旦发生了火灾,应保持沉着镇静,不必惊慌失措,并立即采取各种相应措施,以减少事故损失。首先,应立即熄灭附近所有火源(关闭煤气),切断电源,并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,应根据具体情况采用下列灭火器材:

(1) 四氯化碳灭火器。用以扑灭电器内或电器附近之火。但不能在狭小和通风不良的实验室中应用,因为四氯化碳在高温时会生成剧毒的光气;此外,四氯化碳和金属钠接触也要发

生爆炸。使用时只需连续抽动唧筒,四氯化碳即会由喷嘴喷出。

(2) 二氧化碳灭火器。是有机实验室中最常用的一种灭火器,它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体即会喷出,用以扑灭有机物及电器设备的着火。使用时应注意,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低,温度也骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。

(3) 泡沫灭火器。内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,使用时将筒身颠倒,两种溶液即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器,因后处理较麻烦。

无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

油浴和有机溶剂着火时,绝对不能用水浇,因为这样反而会使火焰蔓延开来。

若衣服着火,切勿奔跑,用厚的外衣包裹使其熄火。较严重者应躺在地上(以免火焰烧向头部)用防火毯紧紧包住,直至火灭,或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。烧伤严重者应急送医院治疗。

2. 割伤

取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水洗后涂上红药水,用绷带扎住或敷上创可贴药膏。大伤口则应先按紧主血管以防止大量出血,急送医院治疗。

3. 烫伤

轻伤涂以玉树油或鞣酸油膏,重伤涂以烫伤油膏后送医院。

4. 试剂灼伤

酸: 立即用大量水洗,再以 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗,最后用水洗。严重时要消毒,拭干后涂烫伤油膏。

碱: 立即用大量水洗,再以 1%~2% 硼酸溶液洗,最后用水洗。严重时同上处理。

溴: 立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液存在为止,然后涂上甘油或烫伤油膏。

钠: 可见的小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

5. 试剂或异物溅入眼内

任何情况下都要先洗涤,急救后送医院。

酸: 用大量水洗,再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

碱: 用大量水洗,再用 1% 硼酸溶液洗。

溴: 用大量水洗,再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

玻璃: 用镊子移去碎玻璃,或在盆中用水洗,切勿用手揉动。

6. 中毒

溅入口中尚未咽下者应立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给以

解毒剂,并立即送医院。

腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋清;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋清。不论酸或碱中毒皆应再灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物:先喝牛奶或鸡蛋清使之立即冲淡和缓解,再用一大匙硫酸镁(约30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院。

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

为处理事故需要,实验室应备有急救箱。内置以下一些物品:

(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、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等。

(3) 醋酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%及饱和)、医用酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

2.1.4 有机化学实验废物的处置

在有机化学实验中和实验结束后往往会产生各种固体、液体等废物,为提倡环境保护,遵守国家的环保法规,减少对环境危害,可采用如下处理方法:

(1) 所有实验废物应按固体、液体,有害、无害等分类收集于不同的容器中,对一些难处理的有害废物可送环保部门专门处理。

(2) 少量的酸(如盐酸、硫酸、硝酸等)或碱(如氢氧化钠、氢氧化钾等)在倒入下水道之前必须被中和,并用水稀释。

(3) 有机溶剂必须倒入带有标签的废物回收容器中,并存放在通风处。

(4) 对无害的固体废物,如:滤纸、碎玻璃、软木塞、氧化铝、硅胶、硫酸镁、氯化钙等可直接倒入普通的废物箱中,不应与其他有害固体废物相混;对有害固体废物应放入带有标签的广口瓶中。

(5) 对能与水发生剧烈反应的化学品,处置之前要用适当的方法在通风橱内进行分解。

(6) 对可能致癌的物质,处理起来应格外小心,避免与手接触。

2.2 有机化学实验常用仪器、设备和应用范围

进行有机化学实验时,所用的器具有玻璃仪器、金属用具、电学仪器及一些其他设备。在使用时,有的公用,有的由个人保管使用。兹分别介绍如下:

2.2.1 玻璃仪器

有机实验用玻璃仪器,按其口塞是否标准及磨口,而分为标准磨口仪器及普通仪器两类。

标准磨口仪器由于可以互相连接,使用时既省时方便又严密安全,它将逐渐代替同类普通仪器。使用玻璃仪器皆应轻拿轻放。容易滑动的仪器(如圆底烧瓶)不要重叠放置,以免打破。

除试管等少数玻璃仪器外,一般都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压,不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热,故不能加热。广口容器(如烧杯)不能贮放易挥发的有机溶剂。带活塞的玻璃器皿用过洗净后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘住。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂或有机溶剂后用电吹风吹热风,或用水煮后再用木块轻敲塞子,使之松开。此外,不能用温度计作搅拌棒用,也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗以免炸裂。

有机化学实验,最好使用标准磨口的玻璃仪器(简称标准口玻璃仪器)。这种仪器可以和相同编号的标准磨口相互连接,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)所玷污。标准磨口玻璃仪器口径的大小,通常用数字编号来表示,该数字是指磨口最大端直径的毫米整数。常用的有 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50 等。有时也用两组数字来表示,另一组数字表示磨口的长度。例如 14/30, 表示此磨口直径最大处为 14 mm, 磨口长度为 30 mm。相同编号的磨口、磨塞可以紧密连接。有时两个玻璃仪器,因磨口编号不同无法直接连接时,则可借助不同编号的磨口接头(或称大小转接头)使之连接。

1. 使用标准磨口玻璃仪器的注意事项

(1) 磨口处必须洁净,若粘有固体杂物,会使磨口对接不严密,导致漏气。若有硬质杂物,更会损坏磨口。

(2) 用后应拆卸洗净。否则若长期放置,磨口的连接处常会粘牢,难以拆开。

(3) 一般用途的磨口无需涂润滑剂,以免玷污反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。减压蒸馏时,磨口应涂真空脂,以免漏气。

(4) 安装标准磨口玻璃仪器装置时,应注意安得正确、整齐、稳妥,使磨口连接处不受歪斜的应力。否则易将仪器折断,特别在加热时,仪器受热,应力更大。

2. 玻璃仪器的清洗

玻璃仪器用毕后应立即清洗,一般的清洗方法是將玻璃仪器和毛刷淋湿,蘸取肥皂粉或洗涤剂,洗刷玻璃器皿的内外壁,除去污物后用水冲洗;当洁净度要求较高时,可依次用洗涤剂、蒸馏水(或去离子水)清洗;也可用超声波振荡仪清洗。

有些污物难以用上述简易方法洗净,则应根据污物的性质,选用合适的方法除去。其他洗液的配制方法及适用范围如表 2.3 所示。

必须反对盲目使用各种化学试剂或有机溶剂来清洗玻璃器皿,这样不仅造成浪费,而且可能带来危险,对环境产生污染。

3. 玻璃仪器的干燥

干燥玻璃仪器的方法通常有以下几种:

(1) 自然干燥: 将仪器倒置,使水自然流下,晾干。

(2) 烘干：将仪器放入烘箱内烘干，仪器口朝上；也可用气流干燥器烘干或用电吹风吹干。

(3) 有机溶剂干燥：急用时可用有机溶剂助干，用少量 95% 乙醇或丙酮荡涤，把溶剂倒回至回收瓶中，然后用电吹风吹干。

表 2.3 洗液的配制方法及适用范围

洗液名称	配制方法	洗液特点	使用注意事项
铬酸洗液	一般浓度为 5%~12%。配制 5% 洗液：工业品重铬酸钾（或重铬酸钠）20 g 溶于 40 mL 水中，慢慢加入 360 mL 工业浓硫酸。洗液为红褐色。	强酸性，具有很强氧化性。用于去除油污。	（1）使用时要特别小心，以防腐蚀皮肤和衣服。 （2）废液不可随便排放，要进行处理。 （3）洗液若呈现绿色，则表示已失效。
酸性高锰酸钾洗液	4 g 高锰酸钾溶于少量水中，加入 100 mL 10% 氢氧化钠溶液。	作用缓慢。适于洗涤油腻及有机物。	洗后玻璃器皿上残留的二氧化锰沉淀物，可用浓盐酸或亚硫酸钠溶液处理。
碱性乙醇洗液	1 L 95% 的乙醇溶液，加入 80 g 氢氧化钠或氢氧化钾。	遇水分解力很强，适用于洗涤油脂焦油和树脂等。	（1）具有易燃性和挥发性，使用时注意防挥发和防火。 （2）久放失效。 （3）对磨口瓶塞有腐蚀作用。
磷酸钠洗液	于 470 mL 水中加入 57 g 磷酸钠 (Na_3PO_4) 和 28.5 g 油酸钠 ($\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COONa}$)。	洗涤碳的残留物。	在洗液中浸泡几分钟，再刷洗。
纯酸或纯碱洗液	纯酸洗液：浓盐酸、浓硫酸和浓硝酸。 纯碱洗液：10% 以上的氢氧化钠、氢氧化钾或碳酸钠溶液。	洗液的使用要根据器皿上污垢的性质。	在洗液中浸泡几分钟，再刷洗。
硝酸-过氧化氢洗液	15%~20% 硝酸和 5% 过氧化氢。	洗涤特别顽固的化学污物。	（1）久存易分解，现用现配。 （2）贮于棕色瓶中。简便的处理方法是在废液中加入硫酸亚铁，使六价铬还原成三价铬（无毒），再排放。

4. 常用的标准玻璃仪器

常用的标准玻璃仪器如图 2-1 所示，有机化学实验常用仪器的应用范围如表 2.4 所示。



(a) 烧杯



(b) 量筒



(c) 锥形瓶



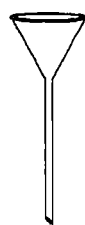
(d) 圆底烧瓶



(e) 抽滤瓶



(e) 分液漏斗、滴液漏斗及恒压滴液漏斗



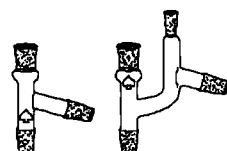
(f) 短颈漏斗与长颈漏斗



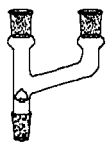
(g) 磨口塞及大小接口



(h) 三颈圆底烧瓶



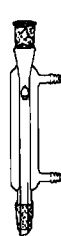
(i) 蒸馏头和克氏蒸馏头



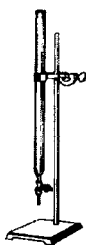
(j) Y形管



(k) 尾接管



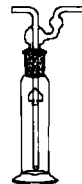
(l) 直形冷凝管、球形冷凝管、蛇形冷凝管和空气冷凝管



(m) 层析柱



(n) 分水器



(o) 洗气瓶



(p) 索氏提取器



(q) 试管



(r) 表面皿

图 2-1 常用的玻璃仪器

表 2.4 有机化学实验常用仪器的应用范围

序号	仪器名称	应 用 范 围	备 注
1	圆底烧瓶	用于反应、回流加热及蒸馏	
2	锥形瓶	用于贮存液体,混合溶液及小量溶液的加热	不能用于减压蒸馏
3	梨形瓶	用于少量反应、回流	
4	三颈圆底烧瓶	用于反应,三颈分别安装机械搅拌器、回流冷凝管及温度计等	
5	克氏蒸馏头	用于减压蒸馏	
6	Y形管	用于反应、回流,连接烧瓶与冷凝管等	
7	蒸馏头	用于常压蒸馏,连接烧瓶与冷凝管,可连接温度计	
8	蒸馏弯头	用于常压蒸馏,连接烧瓶与冷凝管	
9	接尾管	用于减压蒸馏,多组分接受	
10	接液管	用于蒸馏,把馏出物引入接受器	
11	直型干燥管	装干燥剂,用于无水反应装置	
12	弯形干燥管	装干燥剂,用于无水反应装置	
13	大小口接头	用于连接不同型号的接口	
14	温度计套管	用于套住温度计	
15	导气管	接在回流冷凝管上口,导出体系中的气体	
16	磨口塞	用作磨口瓶的塞子	
17	空气冷凝管	用于温度高于 140℃ 的蒸馏和回流	
18	直型冷凝管	用于普通蒸馏和回流	
19	球形冷凝管	用于回流	
20	蛇形冷凝管	用于回流	
21	刺形冷凝管	用于多组分混合液体的分馏	
22	分水器	一般用于共沸蒸馏除去反应体系中的水	
23	梨形分液漏斗	用于溶液的萃取及分离	
24	筒形分液漏斗	用于溶液的萃取及分离	也可用于滴加液体
25	恒压滴液漏斗	用于反应体系内有压力时,可使液体顺利滴加	
26	具塞温度计	用于蒸馏时测温度	
27	温度计	用于测定温度	
28	烧 杯	用于加热溶液、浓缩溶液及溶液混合和转移	配制溶液
29	吸滤瓶	用于减压过滤	不能直接火加热
30	布氏漏斗	用于减压过滤	瓷 质
31	长颈漏斗	用于普通过滤	
32	短颈漏斗	用于热过滤	
33	量 筒	量取液体	切勿用直接火加热

2.2.2 金属及塑料用具

有机实验中常用的金属及塑料用具具有：铁架、铁夹、铁圈、三脚架、水浴锅、镊子、剪刀、三角锉刀、圆锉刀、压塞机、打孔器、水蒸气发生器、煤气灯、不锈钢勺及刮刀、升降台以及反应瓶夹等。部分用具如图 2-3 至图 2-5 所示。

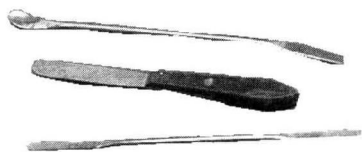


图 2-2 钢勺及刮刀

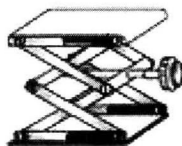


图 2-3 铁圈、铁夹、十字夹、升降台



图 2-4 镊子



图 5 反应瓶夹

2.2.3 电学仪器及小型机电设备

1. 电吹风

实验室中使用的电吹风应可吹冷风和热风，供干燥玻璃仪器之用。宜放干燥处，防潮，防腐蚀。定期加油润滑。

2. 电热套

电热套又称电热帽、电热碗，它是玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器，加热和蒸馏易燃有机物时，由于它不是明火，因此具有不易引起着火的优点，热效率也高。加热温度用调压变压器控制，最高加热温度可达 400°C 左右，是有机实验中一种简便、安全的加热装置。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配，从 50 mL 起，各种规格均有。电热套主要用做回流加热的热源。用它进行蒸馏或减压蒸馏时，随着蒸馏的进行，瓶内物质逐渐减少，这时使用电热套加热，就会使瓶壁过热，造成蒸馏物被烤焦的现象。若选用稍大一号的电热套，在蒸馏过程中，不断降低垫电热套的升降台的高度，会减少烤焦现象。

3. 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪(见图 2-6)由电动机带动可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)、冷凝器和接受器组

成,可在常压或减压下操作,可一次进料,也可分批吸入蒸发料液。由于蒸发器的不断旋转,可免加沸石而不会暴沸。蒸发器旋转时,会使料液的蒸发面大大增加,加快了蒸发速度。因此,它是浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。

4. 调压变压器

调压变压器是调节电源电压的一种装置,常用来调节加热电炉的温度,调整电动搅拌器的转速等。使用时应注意:

(1) 电源应接到注明为输入端的接线柱上,输出端的接线柱与搅拌器或电炉等的导线连接,切勿接错。同时变压器应有良好的接地。

(2) 调节旋钮时应当均匀缓慢,防止因剧烈摩擦而引起火花及炭刷接触点受损。如炭刷磨损较大时应予更换。

(3) 不允许长期过载,以防止烧毁或缩短使用期限。

(4) 炭刷及绕组接触表面应保持清洁,经常用软布抹去灰尘。

(5) 使用完毕后应将旋钮调回零位,并切断电源,放在干燥通风处,不得靠近有腐蚀性的物体。

5. 电动搅拌器

电动搅拌器(或小电动机连调压变压器)(见图 2-7)在有机实验中作搅拌用。一般适用于油水等溶液或固-液反应中。不适用于过黏的胶状溶液。若超负荷使用,很易发热而烧毁。使用时必须接上地线。平时应注意经常保持清洁干燥,防潮防腐蚀。轴承应经常加油保持润滑。

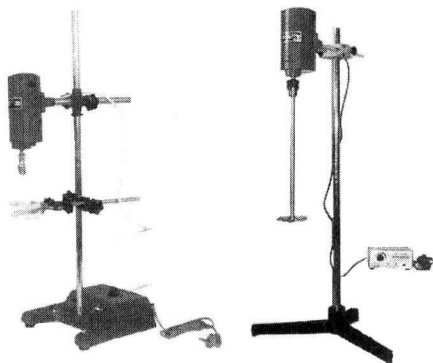


图 2-7 电动搅拌器

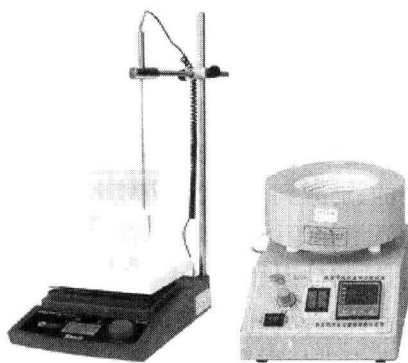


图 2-8 磁力搅拌器

6. 磁力搅拌器

磁力搅拌器(见图 2-8)由一根以玻璃或塑料密封的软铁(叫磁棒)和一个可旋转的磁铁

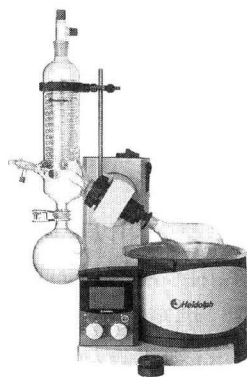


图 2-6 旋转蒸发仪

组成。将磁棒投入盛有欲搅拌的反应物容器中,将容器置于内有旋转磁场的搅拌器托盘上,接通电源,由于内部磁铁旋转,使磁场发生变化,容器内磁棒亦随之旋转,达到搅拌的目的。一般的磁力搅拌器都有控制磁铁转速的旋钮及可控制温度的加热装置。

7. 烘箱

烘箱用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热时不分解的物品。挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱内,以免发生爆炸。

烘箱使用说明:接上电源后,即可开启加热开关,再将控温旋钮由“0”位顺时针旋至一定程度(视烘箱型号而定),此时烘箱内即开始升温,红色指示灯发亮。若有鼓风机,可开启鼓风机开关,使鼓风机工作。当温度计升至工作温度时(由烘箱顶上温度计读数观察得知)即将控温器旋钮按逆时针方向缓慢旋回,旋至指示灯刚熄灭。在指示灯明灭交替处即为恒温定点。一般干燥玻璃仪器时应先沥干,无水滴下时才放入烘箱,升温加热,将温度控制在 $100\sim 120^{\circ}\text{C}$ 。实验室中的烘箱是公用仪器,往烘箱里放玻璃仪器时应自上而下依次放入,以免残留的水滴流下使下层已烘热的玻璃仪器炸裂。取出烘干后的仪器时,应用干布衬手,防止烫伤。取出后不能碰水,以防炸裂。取出后的热玻璃器皿,若任其自行冷却,则器壁常会凝上水气。可用电吹风吹入冷风助其冷却,以减少壁上凝聚的水气。

2.2.4 其他仪器设备

1. 台秤

在有机合成实验室中,常用于称量物体质量的仪器是台秤。台秤的最大称量为 $1\,000\text{ g}$,或 500 g ,能称准到 1 g 。若用药物台秤(又称小台秤),最大称量为 100 g ,能称准到 0.1 g 。这些台秤最大称量虽然不同,但原理是相同的,它们都有一根中间有支点的杠杆。杠杆两边各装有一个秤盘。左边秤盘放置被称量物体,右边秤盘放砝码,杠杆支点处连有一指针,指针后有标尺。指针倾斜表示两盘质量不等。与杠杆平行有一根游码尺,尺上有一个活动的游码。在称量前,先观察两臂是否平衡,指针是否在标尺中央。如果不在中央,可以调节两端的平衡螺丝,使指针指向标尺中央,两臂即平衡。

称量时,将物体放在左盘上,在右盘上加砝码,用镊子(不要直接用手)先加大砝码,然后加较小的,加减到 10 g (小台秤为 5 g)以下的质量时,可以移动游码,直至指针在标尺中央,表示两边质量相等。右盘上砝码的克数加上游码在游码尺上所指的克数便是物体的质量。台秤用完后,应将砝码放回盒中,将游码复原至刻度“0”。

台秤应经常保持清洁,所称物体不能直接放在盘上,而应放在清洁、干燥的表面皿、硫酸纸或烧杯中进行称量。

2. 扭力天平和电子天平

在进行半微量制备时,因普通台秤的灵敏度不够,可使用扭力天平。扭力天平可准确到 0.01 g 。使用前先调节底脚螺丝使左右平衡。在称量 1 g 以下物料时,可通过旋转加质量的

旋钮来调节。电子天平(见图 2-9)的称量精度可达到 0.1 mg。

3. 钢瓶

钢瓶又称高压气瓶,是一种在加压下贮存或运送气体的容器,通常有铸钢的、低碳合金钢的等。氢气、氧气、氮气、空气等在钢瓶中呈压缩气状态,二氧化碳、氨、氯、石油气等在钢瓶中呈液化状态。乙炔钢瓶内装有多孔性物质(如木屑、活性炭等)和丙酮。乙炔气体在压力下溶于其中。为了防止各种钢瓶混用,全国统一规定了瓶身、横条以及标字的颜色,以资区别。现将常用的几种钢瓶的标色摘录于表 2.5 中。

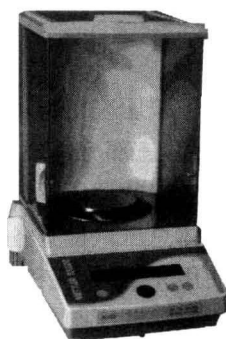


图 2-9 电子天平

表 2.5 常用几种钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色
氮	黑	—	—
空气	黑	棕	黄
二氧化碳	黑	—	白
氧	天蓝	—	黄
氢	深绿	—	黑
氯	草绿	红	红
氨	黄	白	白
其他一切可燃气体	红	—	黑
其他一切不可燃气体	黑	—	—

使用钢瓶时应注意:

(1) 钢瓶应放置在阴凉、干燥、远离热源的地方,避免日光直晒。氢气钢瓶应放在与实验室隔开的气瓶房内。实验室中应尽量少放钢瓶。

(2) 搬运钢瓶时要旋上瓶帽,套上橡皮圈,轻拿轻放,防止摔碰或剧烈振动。

(3) 使用钢瓶时,如直立放置应有支架或用铁丝绑住,以免摔倒;如水平放置应垫稳,防止滚动,还应防止油和其他有机物沾污钢瓶。

(4) 钢瓶使用时要用减压表,一般可燃性气体(氢、乙炔等)钢瓶气门螺纹是反向的,不燃或助燃性气体(氮、氧等)钢瓶气门螺纹是正向的。各种减压表不得混用。开启气门时应站在减压表的另一侧,以防减压表脱出而被击伤。

(5) 钢瓶中的气体不可用完,应留有 0.5% 表压以上的气体。以防止重新灌气时发生危险。

(6) 用可燃性气体时一定要防止回火的装置(有的减压表带有此种装置)。在导管中塞细铜丝网,管路中加液封可以起保护作用。

(7) 钢瓶应定期试压检验(一般钢瓶三年检验一次)。逾期未经检验或锈蚀严重时,不得使用,漏气的钢瓶不得使用。

4. 减压表

减压表由指示钢瓶压力的总压力表(高压表)、控制压力的减压阀和减压后的分压力表(低压表)三部分组成,如图 2-10 所示。使用时应注意,把减压表与钢瓶连接好(勿猛拧!)后,将减压表的调压阀旋到最松位置(即关闭状态)。然后打开钢瓶总气阀门,总压力表即显示瓶内气体总压。检查各接头(用肥皂水)不漏气后,方可缓慢旋紧调压阀门,使气体缓缓送入系统。使用完毕时,应首先关紧钢瓶总阀门,排空系统的气体,待总压力表与分压力表均指到“0”时,再旋松调压阀门。如钢瓶与减压表连接部分漏气,应加垫圈使之密封,切不能用麻丝等物堵塞,特别是氧气钢瓶及减压表绝对不能涂油,这更应特别注意。

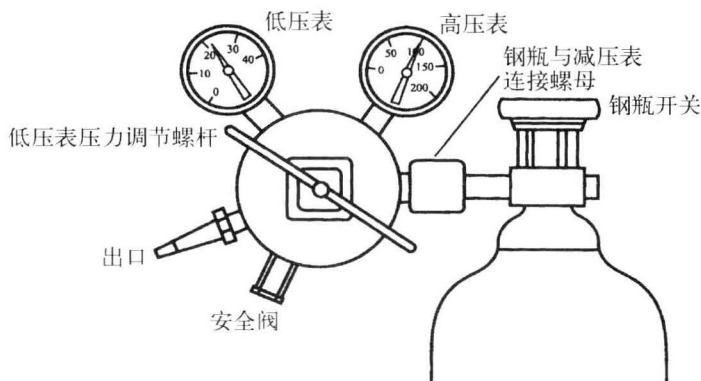
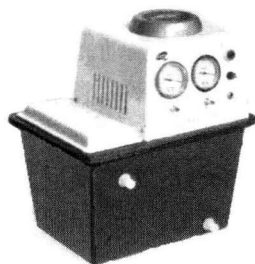


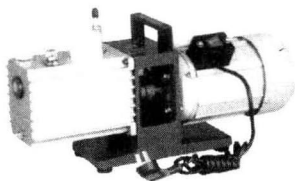
图 2-10 钢瓶减压表

5. 循环水泵及真空油泵

循环水泵和真空油泵如图 2-11 所示。



(a) 循环水泵



(b) 真空油泵

图 2-11 循环水泵及真空油泵

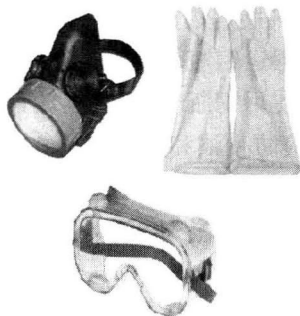


图 2-12 实验室安全用品

6. 实验室个人安全用品

实验室个人防护用品包括乳胶手套、一次性丁腈手套、防护口罩、防毒面具和护目镜等(见图 2-12)。

2.3 有机实验常用装置

为了便于查阅和比较有机化学实验中常见的基本操作,在这一节里集中讨论回流、蒸馏气体吸收及搅拌等操作的仪器装置。

2.3.1 回流装置

很多有机化学反应需要在反应体系的溶剂或液体反应物的沸点附近进行,这时就要用如图 2-13 所示的回流装置。如需要防潮,可以在球形冷凝管顶端加上干燥管以隔绝潮气。若回流中无不易冷却物放出,还可把气球套在冷凝管上口(见图 2-14),以隔绝潮气的渗入。图 2-15 为带有吸收反应中生成气体的回流装置,适用于回流时有水溶性气体(如氯化氢、溴化氢、二氧化硫等)产生的实验。图 2-16 为回流时可以同时滴加液体的装置。回流加热前应先放入沸石,根据瓶内液体的沸腾温度,可选用水浴、油浴或石棉网直接加热等方式。在条件允许下,一般不采用隔石棉网直接用明火加热的方式。回流的速度应控制在液体蒸气浸润不超过两个球为宜。



图 2-13 回流装置图

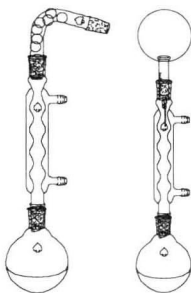


图 2-14 回流干燥装置图



图 2-15 回流气体吸收装置图

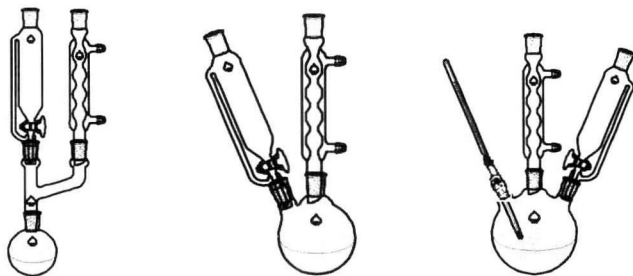


图 2-16 回流滴加装置图