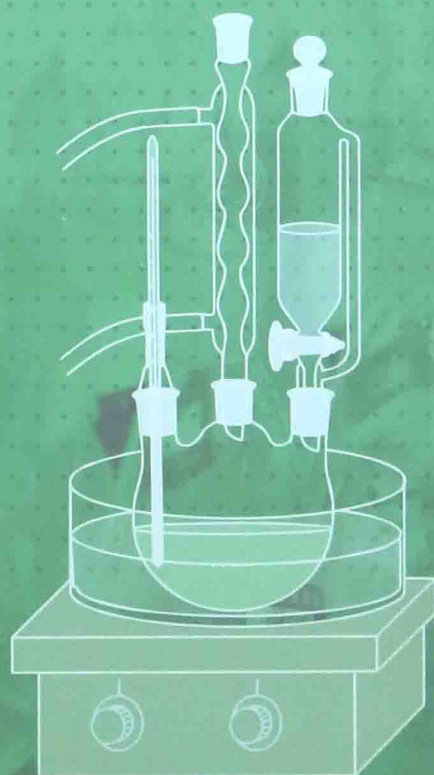


高 / 等 / 学 / 校 / 教 / 材

有机化学实验

李长恭 冯喜兰 主编

YOUJI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

高 / 等 / 学 / 校 / 教 / 材

有机化学实验

李长恭 冯喜兰 主编

YOUJI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书以基本操作和基本技能训练为主线,通过基础知识与基本操作、结构表征、性质与鉴定、有机合成四个层次的实验培养学生的动手能力。全书共五十六个实验,内容涉及有机化合物物理常数的测定、有机物的分离与提纯(液体、固体及色谱分离)、有机化合物结构表征、有机化合物的基本性质与官能团鉴定、有机化合物的合成、天然有机化合物的提取与分离等。综合性和设计性实验的选取以尽量结合现实生活和科研需求为原则,以增强学生对有机化学的认识和理解。

本书可作为高等院校化学化工类、农林类、医药类专业本科生的教材。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/李长恭,冯喜兰主编. —北京:
化学工业出版社, 2015. 1
高等学校教材
ISBN 978-7-122-22320-3

I. ①有… II. ①李…②冯… 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(2014)第 268676 号

责任编辑:宋林青 褚红喜
责任校对:边 涛

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:北京云浩印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张 10 $\frac{3}{4}$ 字数 267 千字 2015 年 2 月北京第 1 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: 22.00 元

版权所有 违者必究

化学实验基础系列教材编写指导委员会

主 任：张裕平

副主任：冯喜兰 许光日 连照勋 侯振雨 范文秀 李长恭

委 员（以姓氏汉语拼音为序）：

邓月娥 范文秀 冯喜兰 郝海玲 侯振雨 李长恭

李 英 连照勋 娄天军 亓新华 陶建中 王爱荣

许光日 杨凤霞 张裕平 祝 勇

《有机化学实验》编写委员会

主 编：李长恭 冯喜兰

副主编：李永芳 祝 勇 孟志芬

参编人员（以姓氏汉语拼音为序）：

崔茂金 冯喜兰 谷永庆 姜小莹

李长恭 李永芳 刘 萍 孟志芬

王九霞 薛 峰 张毅军 祝 勇

编写说明

为适应当前实验教学改革,提高实验教学质量,化学实验基础系列教材指导编写委员会拟出版《无机及分析化学实验》、《有机化学实验》、《无机化学实验》和《分析化学实验》等系列教材。

教材特色:

1. 注重基本操作和基本技能的训练

化学实验的基础知识、基本操作与基本技能是实验成功与否的关键,是实验安全的重要保证,也是胜任化学及相关工作所必需的基础训练之一。离开基本操作与技能的培养,化学实验的任何创新培养都无从谈起。因此,本教材通过基础知识与基本操作、结构表征、性质与鉴定、有机合成四个层次的实验,循序渐进地安排教材结构,使学生对有机化学的认识逐渐加深,实验技能得到逐步提高。

2. 模块化培养与综合训练相结合

在基础知识与基本操作、结构表征、性质与鉴定、有机合成模块化培养的基础上,在天然产物的提取与分离尤其是综合性实验和设计性实验中,不断强化基本操作、了解结构表征和熟悉有机物性质等训练。

3. 结合理论教学内容,选取实验具有代表性

依据烷烃、烯烃、卤代烃、醇、醚、醛或酮、羧酸及其衍生物、胺等教学内容,分别选取相应的有机物的合成实验,加深学生对理论知识的学习和该类化合物认识,将感性认识上升到理性认识。

4. 结合实际生活,选取学生身边的有机物

在综合、设计性实验和天然产物的提取实验中,注重选取生活中经常接触到的有机化合物,如染料甲基橙、昆虫信息素 2-庚酮、光学活性医药和染料中间体 α -苯乙胺、解热镇痛药乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成,咖啡因、烟碱、胡椒碱的提取等。

本书由李长恭、冯喜兰、李永芳、祝勇、孟志芬等编写。编写内容分工如下:李长恭编写第一章和第二章实验一至实验十三;王九霞编写第五章和第七章;薛峰编写第二章实验十四至实验十七、第三章、第八章、第六章实验五十;崔茂金编写第四章实验二十四至实验二十九、附录、参考文献;孟志芬编写第六章实验四十五和实验四十六;姜小莹编写第六章实验四十七和实验四十八;刘萍编写第六章实验四十九;谷永庆编写第四章实验二十二;张毅军编写第四章实验二十三。李永芳审核、校对第四章、第六章;祝勇审核、校对第一章、第二章;李长恭审核、校对第三章、第五章、第七章和第八章。全书由李长恭、冯喜兰统稿定稿。

本书编写过程中,得到了化学实验基础系列教材编写指导委员会的大力支持,在此表示衷心感谢!编写中,参考并借鉴了一些兄弟院校的教材,化学工业出版社也给予了大力支持和帮助,在此表示感谢!

限于编者水平有限,书中不妥之处,请与我们联系(lichanggong@sohu.com),以便改进我们的工作。

编者

2014 年 10 月

目 录

第一章 有机化学实验基础知识与基本要求	1
第一节 有机化学实验室规则	1
第二节 有机化学实验室安全知识	1
第三节 常用玻璃仪器简介	4
第四节 其他常用仪器设备简介	14
第五节 实验预习和实验报告	18
第二章 有机化学实验基本操作	20
第一节 有机化合物物理常数的测定	20
实验一 熔点的测定及温度计的校正	20
实验二 沸点的测定	24
实验三 折射率的测定及标准折射率	25
实验四 旋光度的测定及比旋光度	27
实验五 相对密度的测定	30
第二节 液体化合物的分离与提纯	31
实验六 蒸馏	31
实验七 分馏	35
实验八 减压蒸馏	37
实验九 水蒸气蒸馏	41
第三节 固体化合物的分离与提纯	43
实验十 过滤	43
实验十一 重结晶	45
实验十二 升华	47
第四节 色谱分离法	49
实验十三 柱色谱—荧光黄和碱性湖蓝 BB 的分离	49
实验十四 纸色谱—混合氨基酸分离	52
实验十五 薄层色谱—偶氮苯和苏丹 (Ⅲ) 的分离	54
实验十六 气相色谱	56
实验十七 高效液相色谱	58
第三章 有机化合物结构表征	61
实验十八 紫外吸收光谱	61

实验十九 红外光谱法	64
实验二十 核磁共振氢谱	67
实验二十一 质谱	70
第四章 有机化合物的基本性质与官能团鉴定	75
实验二十二 烯、炔的性质与鉴定	75
实验二十三 卤代烃的性质及鉴定	78
实验二十四 醇、酚的性质及鉴定	80
实验二十五 醛、酮的性质及鉴定	82
实验二十六 羧酸及其衍生物的性质及鉴定	84
实验二十七 含氮化合物的性质及鉴定	86
实验二十八 糖类的性质及鉴定	88
实验二十九 氨基酸、蛋白质的性质及鉴定	92
第五章 有机化合物的合成	96
实验三十 蒽和马来酸酐的加成反应	96
实验三十一 1-溴丁烷的制备	97
实验三十二 硝基苯酚的制备	99
实验三十三 苯乙酮的制备	102
实验三十四 苯甲酸的制备	104
实验三十五 环己酮的制备	106
实验三十六 环己烯的制备	108
实验三十七 苯乙醚的制备	110
实验三十八 呋喃甲醛的歧化反应	111
实验三十九 乙酸乙酯的制备	113
实验四十 苯胺的制备	115
实验四十一 乙酰苯胺的制备	116
实验四十二 邻氨基苯甲酸的制备	118
实验四十三 邻氯苯甲酸的制备	119
实验四十四 肉桂酸的制备	121
第六章 天然有机化合物的提取与分离	123
实验四十五 茶叶中咖啡因的提取及其性质	123
实验四十六 从槐花米中提取芦丁	125
实验四十七 从烟草中提取烟碱	127
实验四十八 菠菜色素的提取与分离	129
实验四十九 从果皮中提取果胶	131

实验五十 从胡椒中提取胡椒碱·····	133
第七章 综合性实验 ·····	135
实验五十一 乙酰乙酸乙酯的制备—克莱森 (Claisen) 缩合反应 ·····	135
实验五十二 乙酰水杨酸的制备·····	137
实验五十三 2-硝基-1,3-苯二酚的制备·····	139
第八章 设计性实验 ·····	141
实验五十四 昆虫信息素 2-庚酮的合成及表征 ·····	141
实验五十五 α -苯乙胺的制备及外消旋体的拆分·····	143
实验五十六 甲基橙的合成·····	145
附录 ·····	148
附录 1 常用试剂的配制 ·····	148
附录 2 常用洗涤剂的配制 ·····	150
附录 3 常见的共沸混合物 ·····	151
附录 4 常用有机溶剂的除水方法 ·····	152
附录 5 常见生色基团及引起的紫外吸收 ·····	152
附录 6 常见官能团的红外吸收峰 ·····	153
附录 7 常见质子的化学位移 ·····	154
附录 8 常用有机溶剂的物理常数 ·····	155
附录 9 常见有毒化学品 ·····	155
附录 10 部分实验术语中英文词汇 ·····	157
附录 11 有机化学实验科研信息网址 ·····	158
参考文献 ·····	163

第一章 有机化学实验基础知识与基本要求

第一节 有机化学实验室规则

有机化学是一门实践性很强的学科。有机化学实验和有机化学相辅相成，对掌握有机化学的理论知识具有重要的意义。为保证有机化学实验的顺利进行，培养严谨、认真的科学态度，实验操作者必须遵守下列规则。

(1) 在进行有机化学实验前必须认真预习有关的实验内容，做好预习笔记。通过预习，明确实验目的和要求，了解实验基本原理、操作步骤及实验成功与否的关键环节，熟悉实验所需的试剂（物理常数、可燃性及毒性）、仪器和装置，要特别关注实验中的注意事项。

(2) 进入实验室时应穿实验服，不要穿拖鞋、背心、短裤等裸露皮肤的服装。不要将食物、饮料等带入实验室。

(3) 进入实验室后，要了解实验室的环境，如防火工具、安全喷淋水头、电气开关、煤气阀等。熟悉实验室的安全通道，做到未雨绸缪，防患未然。一个实验室至少有两个人时方可进行实验，不准一人单独做实验。

(4) 必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不要大声喧哗和到处走动，不乱拿乱放实验用品，不将实验用品带出实验室。损坏实验用品要如实登记，出现问题要及时报告。

(5) 实验操作要严格按照操作规程进行。要仔细观察实验现象，认真思考，及时准确、实事求是地做好实验记录。

(6) 听从教师和实验工作人员的指导，若有疑难问题或发生意外事故必须立刻向教师报告，以便问题或事故得到及时解决和处理。

(7) 实验中应始终保持实验室的卫生。做到桌面、地面、水槽和仪器干净整洁。

(8) 严格控制药品的规格和用量，节约用水、用电。

(9) 实验完毕，及时做好整理工作。清洗仪器并放到指定位置，检查水、电等是否安全，按要求处理废物，做好实验记录并交给教师。待教师签字后方可离开实验室。

(10) 实验完毕，必须认真书写出实验报告。

第二节 有机化学实验室安全知识

在有机化学实验中，经常使用易燃试剂，如石油醚、二氯甲烷、乙醚、丙酮、乙醇、甲醇、苯、乙酸乙酯等；有毒试剂，如甲醛、苯肼、苯胺、硝基苯、氰化物等；有腐蚀性的试剂，如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、烧碱等；易爆试剂，如有机过氧化物、重氮盐、苦味酸、高氯酸等。另外有机化学实验中也常使用玻璃仪器。实验中如果操作不当，很可能发生着

火、烧伤、灼伤、割伤、爆炸、中毒等事故。为了防止发生意外事故，保障实验操作者和实验室的安全，确保实验顺利进行，实验操作者除了严格按操作规程操作外，还必须熟悉各种仪器、药品的性能和一般事故的处理等实验室安全知识。

一、有机化学实验注意事项

- (1) 实验开始前，应认真进行预习，熟悉实验操作；仔细检查玻璃器皿是否有破损或裂纹，仪器是否可用，仪器的表盘是否指示正确，实验装置是否安装正确、牢固。
- (2) 熟悉实验室内水、电、煤气、通风设施的开关。
- (3) 了解实验中所用试剂和仪器的性能。
- (4) 实验中所用的药品，不得随意移动、遗弃，使用后必须放回原处。对反应中产生的有毒气体、实验中产生的废液或固体废弃物，应按规定处理。
- (5) 实验过程中必须坚守岗位，实验室内严禁吸烟、饮食。
- (6) 不要在实验室内拨打手机，也不要将手机或其他电子产品放在实验台上。
- (7) 掌握各种安全用具（灭火器、沙桶和急救箱等）的使用方法。
- (8) 进行实验时，要认真观察、思考，如实记录实验现象，认真撰写实验报告。
- (9) 进行有危险性的实验时应佩戴防护眼镜、面罩和手套等防护用具。
- (10) 实验室必须有良好的通风设施。

二、事故的预防和处理

1. 火灾

为避免发生火灾，必须注意以下几点。

- (1) 对易挥发和易燃试剂，不要直接倒入下水槽中，应储存在指定的容器中，专门回收处理。
- (2) 处理易燃物时，应远离火源和其他有机试剂，不能用烧杯等广口容器盛放易燃溶剂，更不能用火直接加热。
- (3) 实验室不得贮放大量易燃物。
- (4) 仔细检查实验装置、煤气管道是否破损漏气。
- (5) 处理过金属钠的剪刀、镊子、滤纸，要仔细检查并回收附着的钠块后再于清水中浸泡处理；实验台和地面必须用湿布处理。严禁将处理过金属钠的滤纸直接丢弃到垃圾桶中。
- (6) 用过的火柴梗必须用水处理，严禁将其直接丢弃到垃圾桶中。
- (7) 酒精灯中应加入适量的酒精，过多的酒精有引发火灾的危险。
- (8) 使用中的电热套虽然看不到明火，但遇到易燃有机试剂时也会引发火灾。
- (9) 油浴加热，温度过高时浴油也会燃烧。
- (10) 不要在实验室内抽烟。

实验室如果发生着火事故，应沉着镇静及时采取措施，不要惊慌，一般情况下也不要迅速撤离。着火面积较小时，用湿布即可将其熄灭。着火面积较大时应立即关闭煤气，切断电源，熄灭附近所有火源，迅速移开周围易燃物质，再用沙、石棉布或灭火器将火熄灭。如果火势很大，难以控制时，要迅速撤离，并立即拨打急救电话。一般情况下严禁用水灭火。衣服着火时，应立即用石棉布或厚外衣盖灭，火势较大时，应卧地打滚。

除干沙、石棉常备物品外，还常用灭火器灭火。实验室常备如下四种灭火器。

- (1) 二氧化碳灭火器 它通常用于扑灭油脂、电器及其他贵重物品着火。
- (2) 四氯化碳灭火器 它常用于扑灭电器内或电器附近着火。但在使用四氯化碳灭火器时要注意，因四氯化碳高温时能生成剧毒的光气，且与金属钠接触会发生爆炸，故不能在狭

小和通风不良的环境中使用。

(3) 泡沫灭火器 内含含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液。使用时,有液体伴随大量的二氧化碳泡沫喷出,因泡沫能导电,注意不能用于电气灭火。

(4) 干粉灭火器 干粉灭火器是利用加压的二氧化碳或氮气气体作动力,将干粉灭火剂喷出灭火。干粉灭火剂是一种干燥的、易于流动的微细固体粉末,由能灭火的基料和防潮剂、流动促进剂、结块防止剂等添加剂组成,主要有磷酸铵盐、碳酸氢钠、氯化钠、氯化钾干粉灭火剂等。可用于扑救石油、有机溶剂等易燃液体、可燃气体和电气设备的初起火灾。

不论使用何种方法灭火,都应从火的四周开始向中心灭火。

2. 爆炸

实验中,由于违章使用易燃易爆物,或仪器堵塞、安装不当及化学反应剧烈等均能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生,应严格注意以下几点。

(1) 某些化合物如过氧化物、干燥的金属快化物或重氮盐、多硝基芳香化合物、硝酸酯等,受热或剧烈振动易发生爆炸。使用时必须严格按照操作规程进行。

(2) 如果仪器装置安装不正确,也会引起爆炸。因此,常压操作时,安装仪器的全套装置必须与大气相通,严禁对密闭体系进行加热。减压或加压操作时,注意仪器装置能否承受其压力,安装完毕加入反应物料前,应进行加压或减压试验,实验中应随时注意体系压力的变化。

(3) 若反应过于剧烈,致使某些化合物因受热分解,体系热量和气体体积突增有可能发生爆炸时,通常可用冷冻反应体系、控制加料速度等措施缓和反应。

(4) 加热处理乙醚或四氢呋喃前必须用还原剂如硫酸亚铁除去其中的过氧化物。

(5) 严禁用金属钠处理卤代烃类溶剂,如二氯甲烷和三氯甲烷。

3. 中毒

化学药品大多有毒,因此实验中要注意以下几点,防止中毒。

(1) 剧毒药品绝对不能用手直接接触。使用完毕后,应立即洗手,并将该药品严密封存。

(2) 进行可能产生有毒或腐蚀性气体的实验时,应在通风橱中操作,也可用气体吸收装置吸收有毒气体。

(3) 所有沾染过有毒物质的器皿,实验完毕后,要立即进行消毒处理和清洗。

4. 割伤和灼伤

装配玻璃仪器时,注意不要用力过猛;所有玻璃断面应烧熔,消除棱角,防止割伤;应避免皮肤直接接触高温和腐蚀性物质,以免灼伤。

三、急救常识

1. 玻璃割伤

若玻璃割伤为轻伤,应立即挤出污血,用消毒的镊子取出玻璃碎片,再用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红药水,最后用绷带包扎。如果伤口较大,应立即用绷带扎紧伤口上部,防止大量出血,急送医院治疗。

2. 火伤

若火伤为轻伤,应在伤处涂玉树油或蓝油烃油膏;重伤者,立即送医院治疗。

3. 灼伤

灼伤后应立即用大量的水冲洗患处,再根据具体情况,选用下列方法处理后,立即送医院治疗。

(1) 酸、碱液或溴入眼中，立即先用大量清水冲洗；若为酸液，再用 1% 碳酸氢钠溶液冲洗；若为碱液，再用 1% 硼酸溶液冲洗；对于溴，则用 1% 碳酸氢钠溶液冲洗。最后再用水冲洗。

(2) 若玻璃碎片入眼中，应用清水冲洗，切勿用手揉擦。

(3) 皮肤被酸、碱或溴液灼伤，立即用大量水冲洗；若为酸液，再用 3%~5% 碳酸氢钠溶液冲洗；若为碱液，再用 1% 醋酸洗。最后均用水洗，涂上烫伤油膏。若为溴液，用石油醚或酒精擦洗，再用 2% 硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色，然后涂上甘油按摩。

4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性，如果不小心皮肤或呼吸道接触到有毒药品，会引起中毒。解毒方法要视具体情况而定。

(1) 腐蚀性毒物 不论强碱或强酸，先饮用大量的温开水。对酸，可服用氢氧化铝胶、鸡蛋白；对碱，可服用醋、酸果汁或鸡蛋白。不论酸或碱中毒，都要灌注牛奶，不要服用呕吐剂。

(2) 刺激性及神经性毒物 可先服用牛奶或鸡蛋白使之缓解，再将约 30g 硫酸镁溶于一杯水中，服用催吐剂（也可用手按压舌根促使呕吐），并立即送医院抢救。

(3) 有毒气体 先将中毒者转到室外，解开衣领和纽扣。对吸入少量氯气或溴气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。严重者立即送医院抢救。

5. 急救药箱

为了及时处理事故，实验室中应具备急救药箱。箱内置有下列物品。

(1) 绷带、白纱布、止血膏、医用镊子、药棉、剪刀和橡皮管等。

(2) 医用凡士林、玉树油或蓝油烃油膏、橄榄油、碘酒、紫药水、酒精、磺胺药物和甘油等。

(3) 1% 及 3%~5% 碳酸氢钠溶液、2% 硫代硫酸钠溶液、1% 醋酸溶液、1% 硼酸溶液和硫酸镁等。

第三节 常用玻璃仪器简介

使用玻璃仪器时，要轻拿轻放。除试管、烧杯和各种烧瓶外，都不能直接加热；不能加热厚壁玻璃器皿（如吸滤瓶）；不能将锥形瓶用于减压实验；不能高温烘烤有刻度的计量容器（如量筒、刻度吸管）；带旋塞的玻璃仪器用后洗净，并在旋塞与磨口之间垫上纸片，以防粘着；旋塞未分离的玻璃仪器不能泡在碱液中处理，否则易导致旋塞粘着；温度计不得用于测量超过温度计刻度范围的温度，也不得作为搅拌棒使用，使用后应缓缓冷却，切勿立即用冷水冲洗，以防炸裂或指示液断开。

有机化学实验室玻璃仪器可分为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化磨口或磨塞的玻璃仪器。由于仪器口塞尺寸的标准化、系统化、磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意连接，各部件能组装成各种配套仪器。与不同类型规格的部件无法直接组装时，可使用转换接头连接。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玷污的危险，口塞磨砂性能良好，可达较高真空度，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。

标准磨口玻璃仪器，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。

现在常用的是锥形标准磨口，磨口部分的锥度为 1 : 10，即若轴向长度 $H = 10\text{mm}$ 时，锥体大端的直径与小端直径之差 $D - d = 1\text{mm}$ 。

由于玻璃仪器容量及用途不同，标准磨口的大小也有不同。通常以整数数字表示磨口的系列编号，这个数字是锥体大端直径（以毫米表示）的最接近的整数。下面是常用的标准磨口系列：

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

有时也用 D/H 两个数字表示磨口的规格，如 14/23，即大端直径为 14mm，锥体长度为 23mm。

使用标准磨口玻璃仪器应注意以下几点。

- (1) 磨口塞应保持清洁，使用前宜用软布揩拭干净，但不能附上棉絮。
- (2) 使用前在磨砂口塞表面涂以少量凡士林或真空油脂，以增强磨砂口的密合性，避免磨面的相互磨损，同时也便于接口的装拆。
- (3) 装配时，把磨口和磨塞轻轻地对旋连接，不宜用力过猛。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由同种玻璃制成。

一、常见玻璃仪器

1. 普通玻璃仪器（见图 1-1）

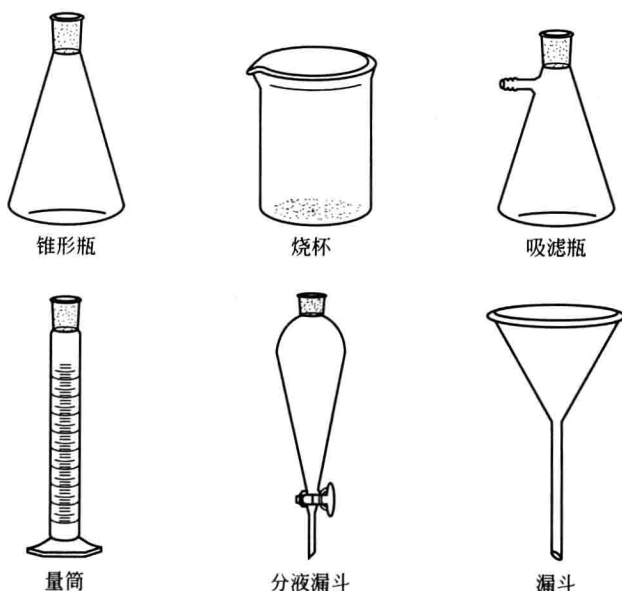


图 1-1 常用普通玻璃仪器

2. 标准磨口玻璃仪器（见图 1-2）

3. 微型仪器（见图 1-3）

二、玻璃仪器的清洗

1. 玻璃仪器的清洗

实验中所用的玻璃仪器必须保持洁净，实验台上放置的玻璃仪器、用具必须完整。实验



短颈圆底烧瓶



短颈平底烧瓶



梨形烧瓶



梨形蒸馏烧瓶



梨形克氏蒸馏瓶



圆形克氏蒸馏瓶



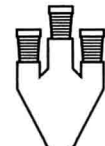
圆形蒸馏烧瓶



直形三口烧瓶



斜形三口烧瓶



梨形三口烧瓶



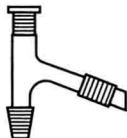
锥形烧瓶



吸滤瓶



克氏蒸馏头75°



蒸馏头75°



二口连接管



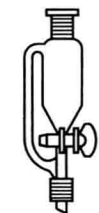
接头(口小塞大)



球形分液漏斗



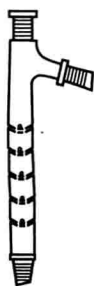
漏斗60°



恒压式筒形滴液漏斗



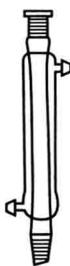
砂芯漏斗



刺形分馏管
(具上支管塞)



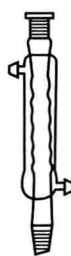
刺形分馏柱
(又称韦氏分馏柱)



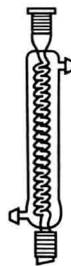
直形
冷凝管



空气
冷凝管



球形
冷凝管



蛇形
冷凝管



温度计



真空三叉接管



真空接管105°



弯形接管105°



图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器



图 1-3 国产微型化学制备仪器示意图

操作者应养成实验完毕后立即清洗仪器的习惯，因为实验操作者了解玻璃仪器上残渣的成分和性质，容易找出合适的清洗方法。如酸性或碱性残渣，分别可用碱液或酸液处理。一般有机物用有机溶剂处理。

最简单的清洗方法是用毛刷蘸上去污粉、合成洗衣粉或洗涤液洗刷，再用清水冲洗干净，倒置晾干。对于金属氧化物和碳酸盐，可用盐酸清洗；银镜和铜镜可用硝酸清洗；对一些焦油和炭化残渣，若用强酸或强碱洗不掉，可采用铬酸洗液浸洗。有时也可用废有机溶剂清洗。也可将玻璃仪器浸泡于由氢氧化钾、工业酒精、水混合而成的碱性溶液中一段时间后再取出洗涤。

玻璃仪器洗净的标志是：仪器倒置时，器壁不挂水珠。

2. 仪器的干燥

(1) 自然晾干 洗净的仪器，在规定的地方倒置放置一段时间，任其自然风干。这是最常用的干燥方法。

(2) 烘干 一般用电烘箱。洗净的仪器，倒尽其中的水，放入烘箱。箱内温度保持在 $100\sim 120^{\circ}\text{C}$ 左右。烘干后，停止加热，待冷至室温取出即可。分液漏斗和滴液漏斗，要拔出旋塞或盖子后，才可加热烘干。

(3) 吹干 可用电吹风的热风或气流烘干机将仪器吹干。

(4) 用有机溶剂干燥 对体积小且急需干燥的仪器可用此法。将仪器洗净后，先用滴管吸取少量酒精或丙酮清洗仪器内壁上的水分，然后再用电吹风吹干。用过的溶剂应倒入回收瓶。

三、塞子的配置与玻璃加工

在有机化学实验中，经常使用塞子（橡胶塞或软木塞）并需要对玻璃管或玻璃棒进行加工。这是有机化学实验操作者必须具备的基本知识和技能。

1. 塞子的配置

(1) 塞子的选择 有机化学实验室常用橡胶塞或软木塞来封闭瓶口和连接普通玻璃仪器的各部件，瓶塞选配的是否恰当，对仪器的安装和实验能否顺利进行有直接的关系。选用软木塞时，其表面不要有裂纹和深洞。在钻孔或使用之前，要用软木塞滚压器（图 1-4）把塞子慢慢压紧压软。这样可使软木塞内部结构均匀密集，防止钻孔时塞子破裂或使用吸收过多的液体。软木塞滚压器也可用两块木板代替。经过滚压，塞子大小应与仪器的口径相适应，塞子进入仪器口径的部分以塞子本身长度的 $1/2\sim 2/3$ 为宜（图 1-5）。

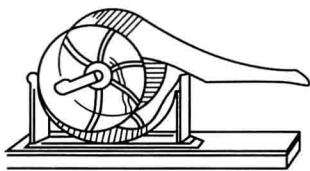


图 1-4 软木塞滚压器

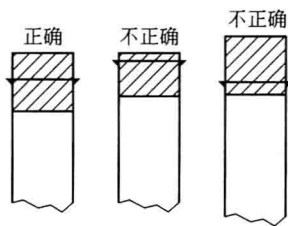


图 1-5 塞子的配置

(2) 塞子的保护 为了使塞子紧密、耐久和增强耐腐蚀性能，可采用下面两种方法将塞子进行处理。

① 将软木塞先在 3 份皮胶、5 份甘油和 100 份水的溶液中浸泡 $15\sim 20\text{min}$ ，溶液的温度应保持在 50°C 。取出干燥后，再用 25 份凡士林和 75 份石蜡的熔融混合物浸泡几分钟。

② 将橡皮塞放在温度为 100°C 的熔化石蜡中浸泡 1min 。用来通腐蚀性气体（如氯气）的橡皮管也应该这样处理。

(3) 塞子的钻孔和装配 在装配仪器时，常需在塞子中插入温度计或其他玻璃管，这就需要在塞子上钻孔。钻孔的大小应保证使温度计或管子能够插入，并且又不会漏气。软木塞钻孔时，打孔器的外径应略小于所装管子的口径。钻孔时，打孔器要垂直均匀地从塞子的小端旋转钻入（图 1-6），避免把孔眼打斜。当钻至塞子的 $1/2$ 时，旋出打孔器，捅出其中的塞芯，再从塞子的大端对准原钻孔位置把孔钻透。若用钻孔机，要把钻头对准塞子小端的适当位置，摇动手轮，直至钻透为止，然后再反向转动，退出钻头。在给橡皮塞钻孔时，打孔器应刚好能套在要插入的玻璃管的外面。打孔器的前部最好敷以凡士林或水，使之润滑便于钻入。必要时，钻孔还可以用圆锉进行修整或稍稍扩大。

将温度计或玻璃管插入塞孔时，可先用水、甘油或凡士林润滑玻璃管的插入端，然后一手持塞子，一手捏着玻璃管靠近塞子的部位（必要时也可以戴手套或用布包着玻璃管），逐

渐旋转插入(图 1-7)。如果手捏玻璃管的位置离塞子太远,操作时往往会折断玻璃管而伤手;更不能捏在弯处,该处更易折断。从塞孔拔出玻璃管时,应遵循同样原则。

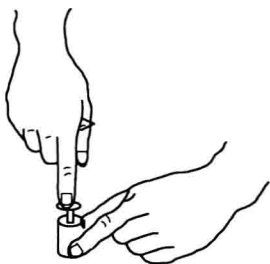


图 1-6 橡胶塞的钻孔



图 1-7 温度计或玻璃管配塞操作

2. 玻璃管的加工

(1) 玻璃管的切割 选择干净、粗细合适的玻璃管,平放在台面上,左手捏紧玻璃管,右手持锉刀或医用小砂轮,用锋利的边缘压在欲截断处(图 1-8),从与玻璃管垂直的方向用力向内或向外划出一锉痕(只能朝单一方向划,切忌不要来回划),然后用双手握住玻璃管(也可用布包住),锉痕向外,两大拇指顶住锉痕背面轻轻推压,同时两手向外拉,则玻璃管即在锉痕处断裂(图 1-9)。为了使玻璃管折断处平滑,不致伤及操作者的皮肤,可用锉刀面轻轻将其锉平,或将折断处放在火焰上烧熔,使之光滑,方法是将折断处放在火焰的外焰,不断转动玻璃管,烧到管口微红即可。不可烧得太久,否则会使管口变形、缩小。

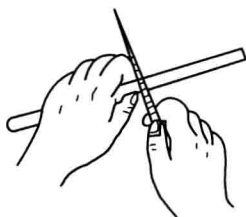


图 1-8 玻璃管的切割

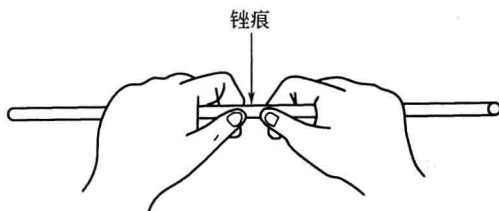


图 1-9 玻璃管的折断

截断较粗的玻璃管时,可利用玻璃管骤热、骤冷易裂的性质,采用下面的方法:将一根末端拉细的玻璃管在灯焰上加热至白炽,使之呈熔球状,立即将熔球部分触放到用水润湿的粗玻璃管的锉痕处,锉痕处骤然受热而断裂。

(2) 玻璃管的弯曲 弯曲玻璃管时,先将玻璃管的欲弯曲部分放在火焰上左右移动预热,除去管中的水汽。然后两手持玻璃管,保持水平,将欲弯曲处放在氧化焰中加热,同时两手等速、同向缓慢地旋转玻璃管,使之受热均匀。当玻璃管适度软化但又不会自动变形时,迅速离开火焰,然后轻轻地顺势弯曲至所需角度[图 1-10(a)]。若玻璃管要弯成较小的角度时,可多次弯曲。玻璃管弯曲部分,厚度和粗细必须保持均匀,不应在弯曲处出现瘪陷和纠结[图 1-10(b)]。

(3) 滴管的拉制 选取粗细、长度适当的干净玻璃管,两手持玻璃管的两端,将中间部位放入喷灯火焰中加热,并不断地朝一个方向慢慢转动,使之受热均匀(图 1-11)。当玻璃管烧至发黄变软时,立即离开火焰,沿水平方向慢慢地向两端拉开并同时向同一方向旋转玻璃管,待其粗细程度符合要求时停止拉伸。拉出的细管子应和原来的玻璃管在同一轴上,不能歪斜,否则重新拉制(图 1-12)。待冷却后,从拉细部分的中间截断,即得两支滴管。然后每支滴管的粗玻璃管端用喷灯烧软,在石棉网上垂直下压,使粗玻璃管端直径稍微变大,