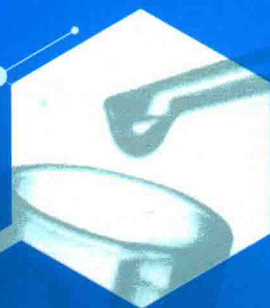




# 有机化学 实验

Youji Huaxue  
Shiyan



陆 嫣 刘 伟 主编



电子科技大学出版社

# 有机化学 实验

Youji Huaxue  
Shiyan

陆 嫣 刘 伟 主编



电子科技大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验 / 陆嫣, 刘伟主编. — 成都: 电子科技大学出版社, 2017.6  
ISBN 978-7-5647-4616-2

I. ①有… II. ①陆… ②刘… 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 (2017) 第 115241 号

有机化学实验

陆嫣 刘伟 主编

出版: 电子科技大学出版社 (成都市一环路东一段 159 号电子信息产业大厦 邮编: 610051)  
策划编辑: 罗雅  
责任编辑: 熊晶晶  
主页: [www.uestcp.com.cn](http://www.uestcp.com.cn)  
电子邮箱: [uestcp@uestcp.com.cn](mailto:uestcp@uestcp.com.cn)  
发行: 新华书店经销  
印刷: 成都市火炬印务有限公司  
成品尺寸: 185mm×260mm 印张 10.75 字数 275 千字  
版次: 2017 年 6 月第一版  
印次: 2017 年 6 月第一次印刷  
书号: ISBN 978-7-5647-4616-2  
定价: 40.00 元

■ 版权所有 侵权必究 ■

- ◆ 本社发行部电话: 028-83202463; 本社邮购电话: 028-83201495。
- ◆ 本书如有缺页、破损、装订错误, 请寄回印刷厂调换。

# 前 言

根据“拓宽口径,加强基础,注重素质、能力及创新精神培养”的原则,增加课堂信息量、强化训练学生的动手能力、全方位提高学生的专业素质成为有机化学实验教学的既定目标。根据多年的试用结果和学科发展的趋势,我们在以下三个方面对本书进行了反复修改和补充。

一、突出体现粮油、轻工学科特色。增加了大量的天然产物提取与分离实验,如:花从茶叶中提取咖啡因、绿色植物叶中叶绿素的提取和分离、烟叶中提取尼古丁、银杏叶中黄酮类有效成分的提取等。粮油、食品、生物等学科可根据自己的专业特色进行选择性地开设。本书还将当前化学学科的研究热点——“绿色化学”这一概念引入到有机化学实验中,培养学生的环保意识。

二、调整实验内容,突出创新型人才培养的理念。为了培养学生独立开展科学研究的能力,在保证基础实验技能得到较为全面训练的基础上,减少传统实验,尽可能利用有限的实验学时向学生传授更多的知识;增加了覆盖面大、综合性强、设计性新的实验内容。在提示问题的引导下,使学生独立完成文献查阅、方案设计、实验结果分析等综合性的训练,以全面提高学生的科研能力。

三、在信息资源丰富的今天,网络资源的利用是设计实验方案必不可少的环节。与传统有机化学实验教材不同的是,本书在介绍常用辞典、手册等有机化学文献资源的使用方法以及相应的查阅方法的基础上,系统、简明地介绍了网络资源应用方法,使学生可以方便、快速地查找相关的文献资料。

本书包括有机化学实验基础知识、有机实验的基本操作、有机化合物的制备、有机化合物的物理性质、有机化合物的化学性质及鉴定、天然产物的提取、综合性实验、人名反应实验等内容。对于基本操作技术,本书给予了较为详细的说明,并配有大量具体的实验内容以供练习。同时在提高性合成实验中,基础操作也多次反复应用,以加强学生对基础操作的理解和掌握。反应机理包括了取代、氧化、加成、消除等基本类型,合成产物覆盖了不饱和烃、卤代烃、醇、醚、醛、酮、羧酸、羧酸衍生物、含硝基和胺类化合物等,并介绍了不同的制备方法。本书不仅体现了基础课和专业课的紧密结合,也利于不同层次、不同需要的读者学习和选用。

编 者

# 目 录

|                          |    |
|--------------------------|----|
| 第 1 章 有机化学实验基础知识 .....   | 1  |
| 1.1 有机化学实验室规章制度 .....    | 1  |
| 1.2 有机化学实验的基本仪器及装置 ..... | 6  |
| 1.3 实验预习、实验记录和实验报告 ..... | 13 |
| 1.4 有机化学实验常用文献资源 .....   | 14 |
| 第 2 章 有机实验的基本操作 .....    | 18 |
| 2.1 简单玻璃工操作 .....        | 18 |
| 2.2 仪器的洗涤和干燥 .....       | 20 |
| 2.3 加热和制冷 .....          | 22 |
| 2.4 萃取和洗涤 .....          | 23 |
| 2.5 简单分馏 .....           | 27 |
| 2.6 水蒸气蒸馏 .....          | 29 |
| 2.7 减压蒸馏 .....           | 31 |
| 2.8 干燥 .....             | 34 |
| 2.9 重结晶和过滤 .....         | 38 |
| 2.10 升华 .....            | 42 |
| 2.11 色谱法 .....           | 45 |
| 第 3 章 有机化合物的制备 .....     | 49 |
| 3.1 烃的制备 .....           | 49 |
| 3.2 卤代烃的制备 .....         | 53 |
| 3.3 醇的制备 .....           | 56 |
| 3.4 醚的制备 .....           | 61 |
| 3.5 酮的制备 .....           | 64 |
| 3.6 羧酸的制备 .....          | 67 |
| 3.7 芳香族化合物的制备 .....      | 69 |
| 3.8 芳磺酸的制备 .....         | 75 |

|                               |     |
|-------------------------------|-----|
| 第4章 有机化合物的物理性质 .....          | 78  |
| 4.1 熔点测定及温度计校正 .....          | 78  |
| 4.2 沸点的测定 .....               | 82  |
| 4.3 液体化合物折射率的测定 .....         | 84  |
| 4.4 紫外吸收光谱(UV)分析 .....        | 87  |
| 4.5 红外吸收光谱 .....              | 89  |
| 4.6 核磁共振谱(NMR) .....          | 92  |
| 第5章 有机化合物的化学性质及鉴定 .....       | 96  |
| 5.1 烃的化学性质 .....              | 96  |
| 5.2 卤代烃的鉴定 .....              | 97  |
| 5.3 胺的化学性质 .....              | 101 |
| 5.4 氨基酸和蛋白质的化学性质 .....        | 102 |
| 5.5 糖类化合物的性质实验 .....          | 107 |
| 5.6 酯的鉴定(氧肟酸铁实验) .....        | 108 |
| 5.7 正溴丁烷的制备及分析检测 .....        | 109 |
| 第6章 天然产物的提取 .....             | 112 |
| 6.1 从茶叶中提取咖啡因 .....           | 112 |
| 6.2 绿色植物叶中叶绿素的提取和分离 .....     | 113 |
| 6.3 烟叶中提取尼古丁 .....            | 115 |
| 6.4 银杏叶中黄酮类有效成分的提取 .....      | 116 |
| 6.5 从牛乳中分离提取酪蛋白和乳糖 .....      | 117 |
| 6.6 从果皮提取果胶 .....             | 119 |
| 6.7 从橙皮中提取柠檬烯 .....           | 120 |
| 6.8 从黄连中提取黄连素 .....           | 121 |
| 6.9 青蒿素的系列实验 .....            | 122 |
| 第7章 综合性实验 .....               | 125 |
| 7.1 7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷 .....   | 125 |
| 7.2 甲基橙的合成 .....              | 126 |
| 7.3 植物生长调节剂 .....             | 127 |
| 7.4 微波辐射促进苯甲酸的合成与其含量的测定 ..... | 129 |
| 7.5 $\beta$ -萘甲醚的制备 .....     | 130 |

|                                     |     |
|-------------------------------------|-----|
| 7.6 对氨基苯磺酸的微型合成实验 .....             | 131 |
| 7.7 乙酰水杨酸的合成 .....                  | 132 |
| 7.8 三组分(环己醇、苯酚、苯甲酸)的分离 .....        | 135 |
| 7.9 己内酰胺的制备 .....                   | 137 |
| 7.10 磺胺药物 .....                     | 139 |
| 7.11 植物生长调节剂的合成研究 .....             | 143 |
| 7.12 己二酸绿色合成方法的探索 .....             | 144 |
| 7.13 苯甲酰胺的制备 .....                  | 145 |
| 7.14 香豆素-3-羧酸的制备 .....              | 146 |
| 第8章 人名反应实验 .....                    | 148 |
| 8.1 康尼查罗反应(Cannizzaro 反应) .....     | 148 |
| 8.2 克莱森酯缩合反应(Claissen 酯缩合反应) .....  | 150 |
| 8.3 狄尔斯—阿尔德反应(Diels-Alder 反应) ..... | 152 |
| 8.4 维悌希反应(Wittig 反应) .....          | 155 |
| 8.5 柏金反应(Perkin 反应) .....           | 157 |
| 8.6 桑德迈耳反应(Sandmeyer 反应) .....      | 158 |
| 8.7 斯克劳普反应(Skraup 反应) .....         | 162 |
| 参考文献 .....                          | 164 |

# 第1章 有机化学实验基础知识

## 1.1 有机化学实验室规章制度

为保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,培养良好的实验习惯,学生必须遵守下列守则。

### (1) 实验前

进行有机化学实验之前,必须认真阅读理论教学相关内容及参考资料,完成实验预习,按要求写好实验预习报告,方可进行实验。没有达到预习要求者,不得进行实验。

### (2) 实验中

进入实验室应熟悉实验室环境,清楚水、电、气总阀门位置,灭火器材的放置地点和使用方法。实验前应清点仪器,如发现有破损或缺少应向指导教师报告,并按规定补领。正确安装实验装置,经指导教师检查合格后,方可开始实验。在操作前,应明确每一步操作的目的、意义,实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

实验时保持安静,遵守实验纪律,不得擅自离开。严禁在实验室内吸烟和进食。实验中严格按操作规程操作,变更实验内容必须经指导教师同意,方可改变。实验中要认真操作、仔细观察实验现象,如实做好记录并不得涂改。实验完成后,由指导老师登记实验结果,并将产品回收统一保管。

在实验过程中保持实验室的整洁,注意节约水、电、煤气。公用器材用完后应放回原处,并保持原样。药品用完后,应及时将盖子盖好。液体样品一般在通风橱中量取,固体样品一般在称量台上称取。仪器损坏应如实填写破损单。废液应倒在指定容器内(易燃液体除外),固体废物应倒在垃圾桶内,不得丢入水槽,以免堵塞下水道。

### (3) 实验后

实验完毕后,将个人实验台面打扫干净,玻璃仪器洗净后放回原处。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生负责整理公用器材,打扫实验室,关闭水、电、煤气总阀,经指导教师同意后才能离开。

### 1.1.1 有机实验室安全规章制度

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。

(2) 实验进行过程中,不得擅自离开岗位,要时刻观察反应进行的情况,注意装置有无漏

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) 实验中所用药品,不得散失或丢弃。使用易燃、易爆药品时,应远离火源。严禁在实验室内吸烟或吃食物。实验结束后要仔细洗手。

(5) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管,以免玻璃棒和玻璃管折断或破裂而划伤皮肤。

(6) 常压蒸馏、回流和反应,禁止用密闭体系操作,一定要保持与大气相连通。

(7) 易燃、易挥发的溶剂不得在敞口容器中加热,该用水浴加热的不得直接用明火加热,加热的玻璃仪器外壁不得有水珠,也不能用厚壁玻璃仪器加热,以免破裂引发危险。

### 1.1.2 实验室事故的预防与处理

#### (1) 火灾的预防与处理

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是有机实验室常见的事故之一,为避免火灾,必须注意下列事项。

① 不能用烧杯或敞口容器盛放易燃溶剂,加热时应根据实验要求及易燃物的特点选择热源。当附近有露置的易燃溶剂时,切勿点火。

② 回流或蒸馏有机物时应放沸石,加热速度宜慢并严禁直接加热。从蒸馏装置接收瓶出来的尾气出口应远离火源,最好用橡皮管引到下水管内或室外。

③ 存放有机物或实验过程中处理有机物时尽量防止或减少易燃性气体外逸;从一个容器向另一个容器转移易燃物时,要灭掉火源,并保持室内空气流通,以排除室内的溶剂蒸气。

④ 当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱或在指定地方进行,室内应无火源。

⑤ 不得把燃着或有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱扔,也不得丢入废物缸中或水槽内,以免发生危险。

⑥ 易燃及易挥发物,不得倒入废液缸内,应按化合物的性质分别专门回收处理(与水有猛烈反应者除外,金属钠残渣要用乙醇销毁)。实验室如果发生了着火事故,应沉着镇静并及时处理,一般采用如下措施。a. 防止火势扩展。立即熄灭附近所有火源,切断电源,移开未着火的易燃物。b. 根据火势立即灭火。若火势较小,可用石棉布或黄沙盖熄;如着火面积大,就用灭火器灭火;有机物着火,千万不能用水浇,否则会引起更大火灾,应使用灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末;电器着火,应切断电源,然后再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,绝不能用水和泡沫灭火器灭火。

二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器。灭火器内贮放压缩的二氧化碳。使用时,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒!以免冻伤)。打开开关,二氧化碳即可喷出。这种灭火器灭火后的清理比较容易,特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火(表1-1)。

表 1-1 常用灭火器种类

| 名称       | 药液成分                                            | 适用范围                                                                |
|----------|-------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|
| 泡沫灭火器    | $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$ | 用于一般失火及油类着火。因为泡沫能导电,所以不能用于扑灭电气设备着火,火后现场清理较麻烦                        |
| 四氯化碳灭火器  | 液态 $\text{CCl}_4$                               | 用于电气设备及汽油、丙酮等着火。四氯化碳在高温下生成剧毒的光气,不能在狭小和通风不良的实验室内使用。注意四氯化碳与金属钠接触会发生爆炸 |
| 1211 灭火器 | $\text{CF}_2\text{ClBr}$ 液化气体                   | 用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备的着火                                            |
| 二氧化碳灭火器  | 液态 $\text{CO}_2$                                | 用于电气设备失火和忌水的物质及有机物着火,注意喷出的二氧化碳使温度骤降,手不能握在喇叭筒上,以防冻伤                  |
| 干粉灭火器    | $\text{NaHCO}_3$ 等盐类与适宜的润滑剂和防潮剂                 | 用于油类、电器设备、可燃气体及遇水燃烧等物质着火                                            |

四氯化碳灭火器和泡沫灭火器,虽然也都具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,除不得已时最好不用这两种灭火器。

水在大多数场合下不能用于扑灭有机物的着火。因为一般有机物都比水轻,泼水后,火不但不熄,反而漂浮在水面燃烧,火随水流促其蔓延。

不管用哪一种灭火器都应从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布灭火;反应瓶内有机物着火,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭;身上着火时,切勿在实验室内乱跑,应就近卧倒,用石棉布等把着火部位包起来,或在地上滚动以灭火焰。总之,当失火时,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。

## (2) 爆炸的预防

对爆炸事故应以预防为主,一旦有爆炸的危险时,首先要镇静,然后再根据情况排除险情或及时撤离,并及时报警。一般预防爆炸的措施有以下几种。

①实验装置、操作要求正确,不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通。常压操作时,切勿在封闭系统内进行加热或反应,在反应进行时,必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。对反应过于剧烈的实验,应严格控制加料速度和反应温度,使反应缓慢进行。

②减压蒸馏时,不得使用机械强度不大的仪器(如锥形瓶平底烧瓶、薄壁试管等)。必要时,要戴上防护面罩或防护眼镜。

③切勿使易燃易爆气体接近火源。有机溶剂如醚类和汽油一类的蒸气与空气相混时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

④使用乙醚等醚类有机物时,必须检查有无过氧化物存在。因为有过氧化物存在的乙醚蒸馏时易爆炸,必须用硫酸亚铁除去后才能使用。同时,使用乙醚时应在通风较好的地方

或在通风橱内进行,且不能有明火。

⑤对于易爆炸的固体,如重金属乙炔化物、三硝基甲苯、重氮盐、苦味酸金属盐等,都不能重压或撞击,必须小心销毁其残渣后再弃去。剩余的金属钠切勿投掷到水中,金属钠遇水将爆炸并燃烧。

### (3)中毒的预防与处理

化学药品大多具有不同程度的毒性,当皮肤或呼吸道接触有毒药品时会引起中毒。在实验中,要防止中毒,应注意以下事项。

①在有机化学实验中,不准用嘴吸移液管,抽气过滤时也绝对不允许用嘴吸气,以免误服有毒药品。

②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相关操作规程。实验后的有毒残渣必须进行妥善且有效的处理,不准乱丢。

③有些剧毒物质如氰化钠等会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后应立即洗手,切勿让毒品沾到五官或伤口。

④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,实验开始后不要把头部伸入橱内。

若毒物已溅入口中,尚未咽下的应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物的性质先做如下处理。

吞下酸:先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶,不要吃呕吐剂。

吞下碱:先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶,不要吃呕吐剂。

吞下刺激性及神经性毒物:先服用牛奶或鸡蛋清保护食道黏膜,再将一大匙硫酸镁(约30 g)溶于一杯水中饮下催吐,也可用手指伸入喉部促使呕吐。

吸入气体中毒:将中毒者迅速搬到室外,解开衣领及纽扣,若是吸入氯气或溴气可用稀碳酸氢钠溶液漱口。

一般药品溅到手上,通常是用水和乙醇洗去。实验时若有中毒特征,应到空气新鲜的地方休息,最好平卧,出现其他较严重的症状,如头昏、呕吐、瞳孔放大时应及时送往医院。

### (4)触电的预防与处理

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。实验结束后应切断电源,再将连接电源的插头拔下。若触电应立即设法切断电源,然后对触电严重者做人工呼吸,立即送医院急救。

### (5)灼伤的预防与处理

人体暴露在外的部分(如皮肤)接触了高温、强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此,实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性的化学药品时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。如果发生灼伤应视情况分别处理。

高温灼伤:用大量水冲洗,再用冰块降温。在伤口上涂以烫伤油膏。

**药品灼伤:**皮肤上遭到药品灼伤应先用大量水冲洗。对于酸灼伤,可用5%碳酸氢钠溶液洗净,再涂上烫伤油膏。若是碱灼伤,可用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤,再涂上油膏。溴灼伤应立即用酒精洗涤后涂上甘油或烫伤油膏。眼睛遭药品灼伤,应立即用洗眼杯盛大量水冲洗眼内眼外,如果眼睛未恢复正常,应马上去医院就医。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的初步处理。若伤势较重,在急救之后,应速送医院诊治。

#### (6) 玻璃割伤的预防与处理

为避免手部割伤,玻璃管(棒)的锋利边口必须用火烧熔,使之光滑后方可使用。将玻璃管(棒)或温度计插入塞子或橡皮管时,应在玻璃棒(管)或温度计上涂少量水、甘油或其他润滑剂,握玻璃棒的手尽可能离塞子近些,要渐渐旋转插入,不可强行插入或拔出,常用的玻璃仪器如图1-1所示。

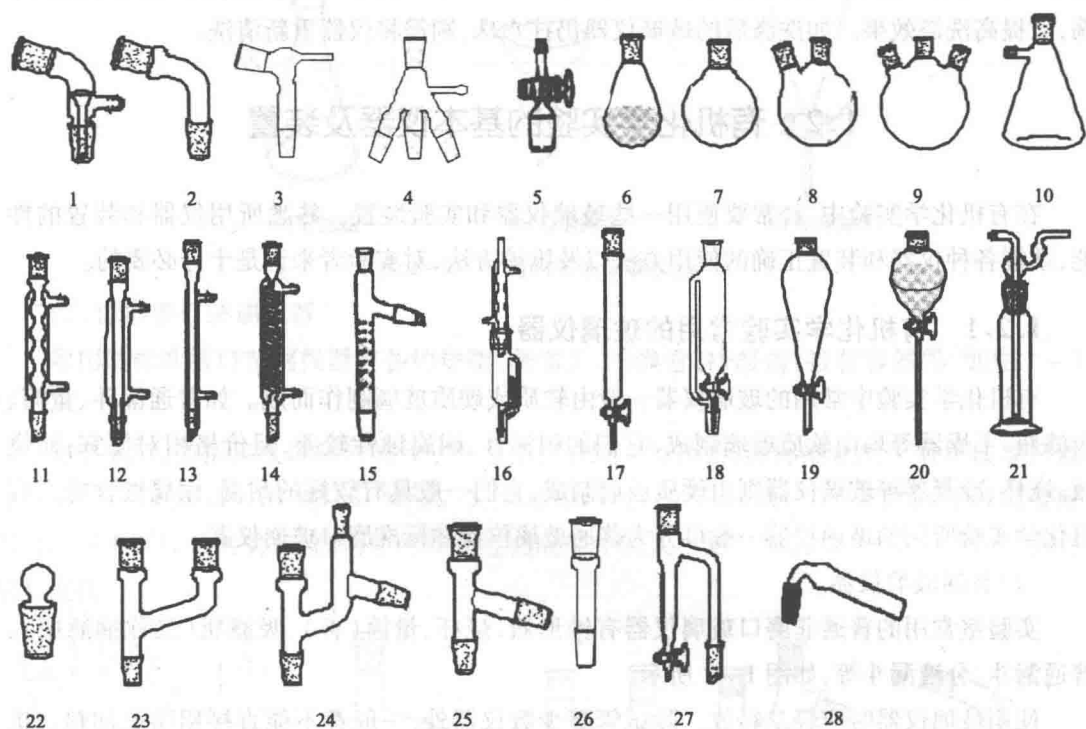


图1-1 常用的玻璃仪器

1 - 真空接收管;2,3 - 普通接收管;4 - 多尾接收管;5 - 导气管;6 - 梨形瓶;7 - 单口烧瓶;8 - 二口烧瓶;9 - 三口烧瓶;10 - 抽滤瓶;11 - 球形冷凝管;12 - 直形冷凝管;13 - 空气冷凝管;14 - 蛇形冷凝管;15 - 分馏柱;16 - 索氏提取器;17 - 柱层析管;18 - 恒压滴液漏斗;19 - 分液漏斗;20 - 滴液漏斗;21 - 洗气瓶;22 - 空心塞;23 - Y形管;24 - 克氏蒸馏头;25 - 蒸馏头;26 - 变头;27 - 油水分离器;28 - 干燥管

一旦发生玻璃割伤,应仔细检查,并及时处理。如果为一般轻伤,应及时挤出污血,用消毒过的镊子仔细取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口并涂上碘酒,再用绷带包扎;如果伤口较深,血流不止,应立即用绷带在伤口与心脏之间距伤口10 cm处扎紧,使伤口停止出血。

洁净的仪器是做好实验的一个重要条件,应养成实验之前清洗仪器及实验结束后洗净

仪器并放入干燥器干燥的习惯。及时清洗仪器不仅易洗净,而且因了解残渣污物的成因和性质,也便于处理。例如,已知是酸性残渣或碱性残渣便可分别以碱液或酸液洗涤,而陈旧的残渣洗涤困难较大。通常用毛刷蘸取污粉或肥皂擦洗。可以将刷子略为弯曲后伸入瓶中擦洗烧瓶中某些难以擦洗的部位。清洗时,拇指与食指握刷子的部位应控制在刷子接近管底或瓶底为度,以防来回刷洗时,因用力过猛而捅破管底或烧瓶底部。

烧瓶中有不溶于水的残留物时,可选择适当的有机溶剂清洗,注意不要将用过的有机溶剂倒入下水道内,以防对管道造成损坏。烧瓶中有焦油状物质和炭化残渣时,一般用去污粉、肥皂、强碱都难以洗掉,应使用铬酸洗液浸泡后洗除,但是铬酸洗液对环境污染严重,应尽量少用。

刷洗仪器时,应先将手用肥皂洗净,以免手上的污物沾附在仪器壁上,增加洗刷的困难。洗净后的玻璃仪器应不沾油腻,不挂水珠。用蒸馏水(或去离子水)冲洗,应顺壁冲并充分振荡,以提高洗涤效果。如洗涤后的玻璃仪器仍挂水珠,则需将仪器重新清洗。

## 1.2 有机化学实验的基本仪器及装置

在有机化学实验中,经常要使用一些玻璃仪器和实验装置。熟悉所用仪器和装置的性能,掌握各种仪器和装置正确的使用方法以及维护方法,对实验者来说是十分必要的。

### 1.2.1 有机化学实验常用的玻璃仪器

有机化学实验中常用的玻璃仪器一般由软质或硬质玻璃制作而成。如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等均由软质玻璃制成,它们的耐温性、耐腐蚀性较差,但价格相对便宜;而烧瓶、烧杯、冷凝器等玻璃仪器则由硬质玻璃制成,它们一般具有较好的耐温、耐腐蚀性能。有机化学实验所用的玻璃仪器一般可分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器。

#### (1) 普通玻璃仪器

实验室常用的普通非磨口玻璃仪器有锥形瓶、烧杯、量筒(杯)、吸滤瓶(又称抽滤瓶)、普通漏斗、分液漏斗等,如图1-2所示。

使用玻璃仪器时应轻拿轻放。除试管等少数仪器外,一般都不能直接用明火加热。锥形瓶不耐压,不能做减压用。厚壁玻璃器皿(如吸滤瓶)不耐热,不能用做加热容器。广口容器(如烧杯)不能存放有机溶剂。带活塞的玻璃器皿如分液漏斗、滴液漏斗、分水器,用过洗净后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘连。若已粘连,可用水煮后再轻敲活塞,或在磨口四周涂上润滑剂后用电风吹热风,使磨口膨胀松开。另外,温度计不能当成搅拌棒使用,也不能用来测量超过量程范围的温度。温度计使用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以免炸裂。

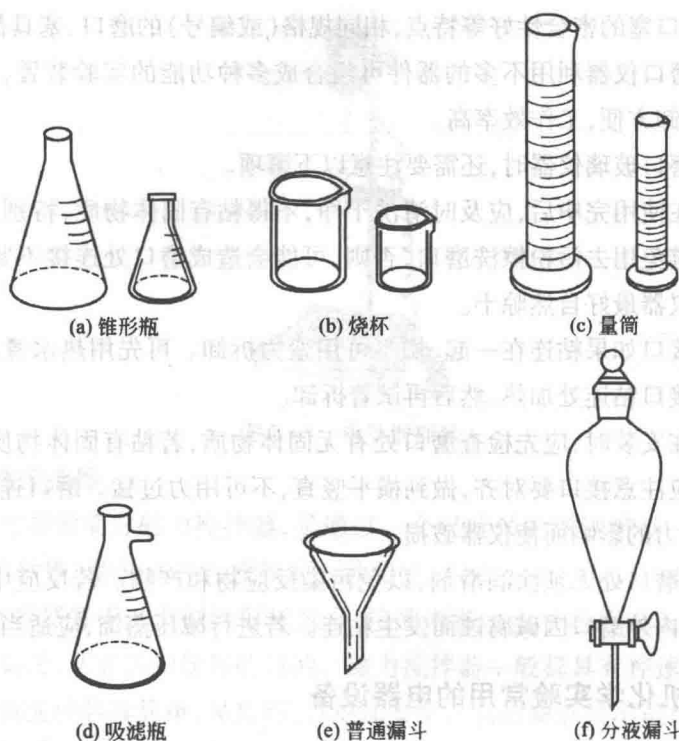


图 1-2 常用的普通玻璃仪器

## (2) 标准磨口玻璃仪器

常用的标准磨口玻璃仪器有各种烧瓶、蒸馏头、干燥管、冷凝器、接收容器等,如图 1-3 所示。

标准磨口,是指其接口部位的尺寸都是按标准统一生产的,即标准化的。磨口玻璃仪器分为 10、14、19、24、29、34、40、50 等号。只要是相同尺寸的标准磨口,相互之间便可以装配吻合。对不同尺寸的磨口仪器,还可以通过相应尺寸的大小磨口接头(如图 1-3 所示)使之相互连接。

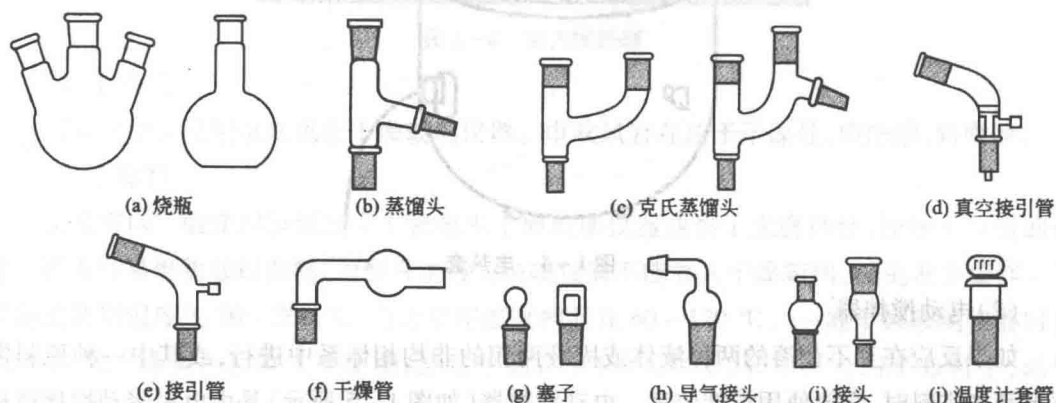


图 1-3 常用的标准磨口玻璃仪器

目前进行有机化学实验普遍使用标准磨口玻璃仪器。标准磨口仪器具有尺寸的标准

化、系列化和磨砂口塞的密性好等特点,相同规格(或编号)的磨口、塞具都可以紧密相连,通用性强。标准磨口仪器利用不多的器件可组合成多种功能的实验装置,利用率高。标准磨口仪器安装、拆卸方便,工作效率高。

在使用标准磨口玻璃仪器时,还应注意以下事项。

①玻璃仪器在使用完毕后,应及时清洗干净,不得粘有固体物质,特别是磨口处必须洁净。清洗时应该避免用去污粉擦洗磨口,否则,可能会造成磨口处连接不紧密,甚至损害磨口。洗净的玻璃仪器最好自然晾干。

②磨口仪器接口如果粘连在一起,切不可用蛮力拆卸。可先用热水煮接口粘连处或用电风吹热风对接口粘连处加热,然后再试着拆卸。

③磨口仪器在安装时,应先检查磨口处有无固体物质,若粘有固体物质,会导致接口处漏气。安装时还应注意接口要对齐,做到横平竖直,不可用力过猛。磨口连接处不可承受歪斜应力,以免因应力的影响而使仪器破损。

一般情况下,磨口处无须涂润滑剂,以免污染反应物和产物。若反应中有碱性物质,则应涂润滑剂,以免内外磨口因碱腐蚀而发生粘连。若进行减压蒸馏,应适当地涂抹真空脂。

## 1.2.2 有机化学实验常用的电器设备

### (1) 电热套

电热套是目前最常用的加热设备(如图1-4所示)。它用玻璃和石棉纤维丝包裹着电热丝编织成半圆形的内套,外边加上金属外壳,中间填上保温材料。根据内套直径的大小分为50 mL、100 mL、150 mL、200 mL、250 mL等规格。电热套不用明火加热,属于热气流加热,受热均匀、加热效率高,使用较安全。但要注意,使用时不要将药品和水洒在电热套中,避免电热套被损坏和带来安全隐患。

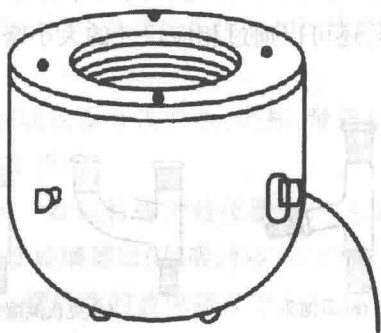


图1-4 电热套

### (2) 电动搅拌器

如果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,需要使用搅拌装置。电动搅拌器(如图1-5所示)是由电机带动搅拌棒进行搅拌的一种装置,其搅拌速率可以调节。

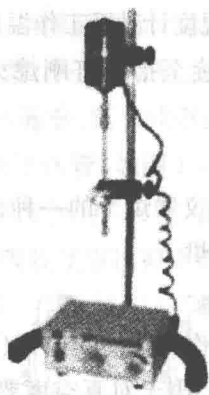


图 1-5 电动搅拌器

### (3) 磁力加热搅拌器

磁力加热搅拌器常简称磁力搅拌器,是通过一个可旋转的磁铁带动一根以玻璃或塑料密封的磁子(又称软铁)旋转而进行搅拌的一种装置(如图 1-6 所示)。将磁子放入盛有反应物的容器中,将容器置于磁力搅拌器托盘上,接通电源。由于内部磁场不断旋转变化的,容器内磁子也随之旋转,从而达到搅拌的目的。磁力搅拌器一般都具有控速和加热装置,使用磁力搅拌器比机械搅拌装置简单,易操作,且更加安全。它的缺点是不适用于大体积和黏稠体系。使用完毕后应注意及时收回搅拌磁子,不得随反应废液或固体一起倒入废料桶或下水道。

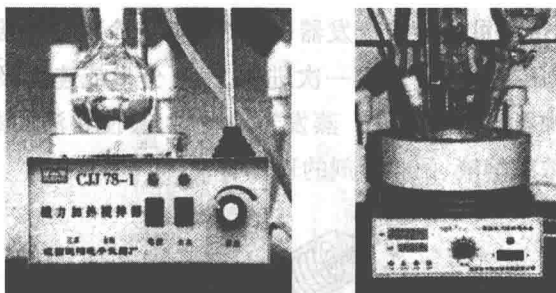


图 1-6 磁力搅拌器

### (4) 电吹风

实验室中常使用电吹风来干燥玻璃仪器。电吹风宜存放于干燥处,应防潮、防腐蚀。

### (5) 干燥箱

实验室内一般使用恒温鼓风干燥箱来干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热不分解的药物。挥发性易燃物或以酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器不能放入干燥箱内,以免发生爆炸。干燥箱的使用温度为  $50 \sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,通常使用温度控制在  $60 \sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。一般干燥玻璃仪器时应先沥干,无水珠滴下时放入干燥箱,温度控制在  $100 \sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,取出时应用干布衬手,以免烫伤。

干燥箱的使用说明: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(视干燥箱型号而定),此时干燥箱内即开始升温,红色指示灯亮。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(由于干燥箱顶上的温度计读数得知),即将控温计旋钮按逆时针方向旋至指示灯刚熄灭。在指示灯明灭交替处即为恒温定点。

#### (6) 气流烘干机

气流烘干机是借助热空气将玻璃仪器烘干的一种设备,其特点是快速方便。将玻璃仪器插入风管上,5~10 min 后仪器即可烘干。

#### (7) 循环水真空泵

循环水真空泵是以循环水作为工作流体的喷射泵(如图 1-7 所示)。它是利用射流产生负压的原理而设计的一种减压设备,用于对真空度要求不高的减压体系,广泛用于蒸发、蒸馏、过滤等操作。其最大优点是节约水。

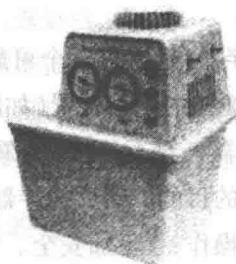


图 1-7 循环水真空泵

#### (8) 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪由马达带动可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)、冷凝器和接收器组成(如图 1-8 所示),能够在常压或减压下操作。既可一次进料,也可分批或连续吸入蒸发料液。由于蒸发器地不断旋转,不加沸石也不会暴沸。蒸发器旋转时,会使料液的蒸发面大大增加,加快蒸发速度。因此,它是浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。

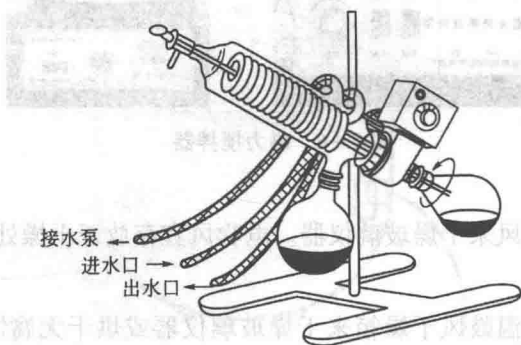


图 1-8 旋转蒸发仪

### 1.2.3 有机化学实验基本装置

#### 1.2.3.1 基本实验装置

##### (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。