

1 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验室规则和安全知识

1.1.1 实验室规则

为了确保有机化学实验安全、正确地进行，为了培养学生良好的实验习惯和严谨的科学态度，学生必须遵守以下规则：

(1) 学生进实验室后首先要了解实验室内水、电、煤气开关位置和放置灭火器材的地点及使用方法。

(2) 实验前必须认真预习实验内容，写好预习报告。

(3) 在实验过程中应保持桌面清洁整齐，有条不紊。要认真操作，仔细观察，详细记录，不得擅自离开。

(4) 实验中固体废物（如火柴杆、废纸等）和废液（如废酸、废碱及废有机溶剂等）不得乱丢或乱倒。固体废物应放到废物箱中，废液要倒入指定的废液缸内，应养成良好的实验习惯。

(5) 尊重教师的指导，严格按照实验中规定的药品规格、用量和步骤进行实验。若要更改，须征得指导教师同意后方可实施。

(6) 爱护实验仪器。自管仪器用后必须洗净，妥善收藏，公用仪器用后放回原处。仪器若有损坏要及时办理登记、补领手续。公用药品不得任意挪动，用后立即盖好，注意节约使用。

(7) 实验结束后须经教师全面检查，待教师在实验本上签字后才能离开实验室。

(8) 值日学生在实验结束后，负责打扫实验室，复原公用仪器的位置，关闭水、电、煤气开关总阀，由教师检查后方可离去。

1.1.2 常见事故的预防和处理

1.1.2.1 火灾的预防和灭火

在有机化学实验中，常用的有机溶剂大多数是易燃的，而且多数有机反应往往需要加热，因此在有机化学实验中防火就显得十分重要。要预防火灾的发生必须注意以下几点：

(1) 实验装置安装一定要正确，操作必须规范。

(2) 在使用和处理易挥发、易燃溶剂时不可存放在敞口容器内，要远离火源。加热时必须采用具有回流冷凝管的装置，且不能用直接火加热。

(3) 在距明火 1m 范围内不要将可燃溶剂从一个容器倒入另一个容器。也不允许将

可燃液体随便倒入水槽，因为其蒸气有可能散发到明火处。

(4) 实验室内不得存放大量易燃物。一旦发生火患，一定要沉着、冷静。首先要关闭煤气，切断电源，然后迅速移开周围易燃物质，再用石棉布覆盖火源或用灭火器灭火。当衣服着火时，应立刻用石棉布覆盖着火处或赶快脱下衣服，火势大时，应一面呼救，一面卧地打滚。

1.1.2.2 爆炸事故的预防

实验中发生爆炸其后果往往是严重的。为了防止爆炸事故的发生，一定要注意以下事项：

(1) 仪器装置应安装正确，常压或加热系统一定要与大气相通。

(2) 在减压系统中严禁使用不耐压的仪器，如锥形瓶、平底烧瓶等。

(3) 在蒸馏醚类化合物（如乙醚、四氢呋喃等之前），需要检查是否有过氧化物存在，如果有过氧化物存在，必须先除去，再进行蒸馏，但是蒸馏时切勿蒸干。

(4) 在使用易燃易爆物（如氢气、乙炔等）或遇水会发生激烈反应的物质（如钾、钠等），要特别小心，必须严格按照实验规定操作。

(5) 对反应过于激烈的实验，应引起特别注意。有些化合物因受热分解、体系热量和气体体积突然猛增而发生爆炸，对这类反应，应严格控制加料速度，并采取有效的冷却措施，使反应缓慢进行。

1.1.2.3 中毒事故的预防

(1) 反应中产生有毒或腐蚀性气体的实验，应在通风橱内进行，而且应该装有吸收装置，实验室要保持空气流通。

(2) 有些有毒物质易渗入皮肤，因此不能用手直接拿取或接触化学药品，更不准在实验室内吃东西。如果有毒或腐蚀性化学药品进溅到皮肤上，应该立即用大量水冲洗。应该特别注意不要让有毒药品接触伤口。

(3) 剧毒药品应有专人负责保管，不得乱放。使用者必须严格按照操作规程进行实验。

(4) 嗅闻化学品要谨慎从事，用手轻轻将气体拂向自己。

(5) 洒落或溅出的化学品应该立即清除，拖延时间可能会造成其蒸气中毒、台面损坏、较难清除等后果。如果将汞溅落，要尽可能收回，无法收回的少量汞，可以撒上硫磺粉充分混合，使其转化成无毒的硫化汞后扫去。

实验中如有头晕、恶心等中毒症状，应立即到空气新鲜的地方休息，严重的应马上送医院。

1.1.2.4 化学灼伤

强酸、强碱和溴等化学药品触及皮肤均可引起烧伤，因此在使用或转移这类药品时要十分小心。如果被酸、碱或溴灼伤，应立即用大量水冲洗，然后再用以下方法处理：

酸灼伤：皮肤灼伤可用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤；眼睛灼伤可用 1% 碳酸氢钠溶液清洗。

碱灼伤：皮肤灼伤用 1% ~ 2% 醋酸溶液洗涤；眼睛灼伤用 1% 硼酸清洗。

溴灼伤：应立即用酒精洗涤，然后涂上甘油或烫伤油膏。灼烧严重的经急救后应速

送医院治疗。

1.1.2.5 割伤和烫伤

在玻璃工操作或使用玻璃仪器时，因操作或使用不当，常会发生割伤。要预防割伤，玻璃工操作一定要规范，玻璃仪器使用要正确。如果被割伤，应首先要取出玻璃碎片，用蒸馏水或双氧水洗净伤口，然后涂上红药水，再用消毒纱布包扎。严重割伤，大量出血，应在伤口上方用纱布扎紧或按住动脉防止大量出血并立即送往医院医治。

在玻璃工操作中最容易发生烫伤，要预防烫伤，切勿用手去触摸刚加热过的玻璃管（棒）以及玻璃仪器。若发生烫伤，轻者涂烫伤膏，重者涂烫伤膏后立即送往医院。

1.2 有机化学实验常用玻璃仪器简介和保养

1.2.1 使用玻璃仪器须知

- (1) 玻璃仪器易碎，使用时要轻拿轻放。
- (2) 玻璃仪器中除烧杯、烧瓶和试管外都不能用直接火加热。
- (3) 锥形瓶、平底烧瓶不耐压，不能用于减压系统。
- (4) 带活塞的玻璃器皿（如分液漏斗等）用过洗净后在活塞和磨口间垫上小纸片，以防止粘结。
- (5) 温度计测量的温度范围不得超出其刻度范围，也不能把温度计当搅拌棒使用。温度计在使用之后应该缓慢冷却，不能立即用冷水清洗，以免炸裂或汞柱断裂。

1.2.2 有机化学实验常用玻璃仪器

实验常用玻璃仪器分为两类，一类为普通玻璃仪器，另一类为标准磨口玻璃仪器。

2.2.1 普通玻璃仪器

目前在大部分学校中这类仪器都已被标准磨口仪器所取代，但有一些还有一定用途，见图 1-1。

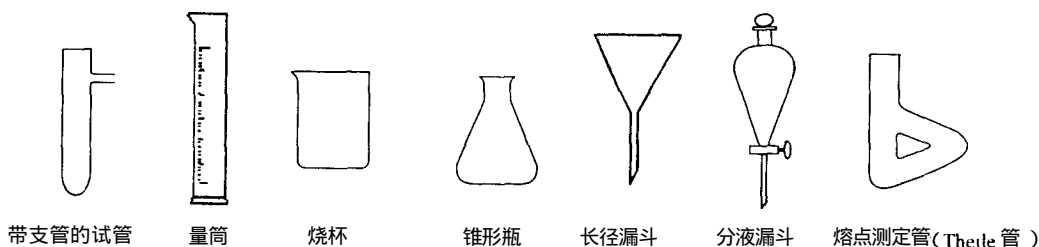


图 1-1 常见普通玻璃仪器

2.2.2 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或标准磨塞的玻璃仪器。这类仪器具有标准化、通用化和系列化的特点，见图 1-2。

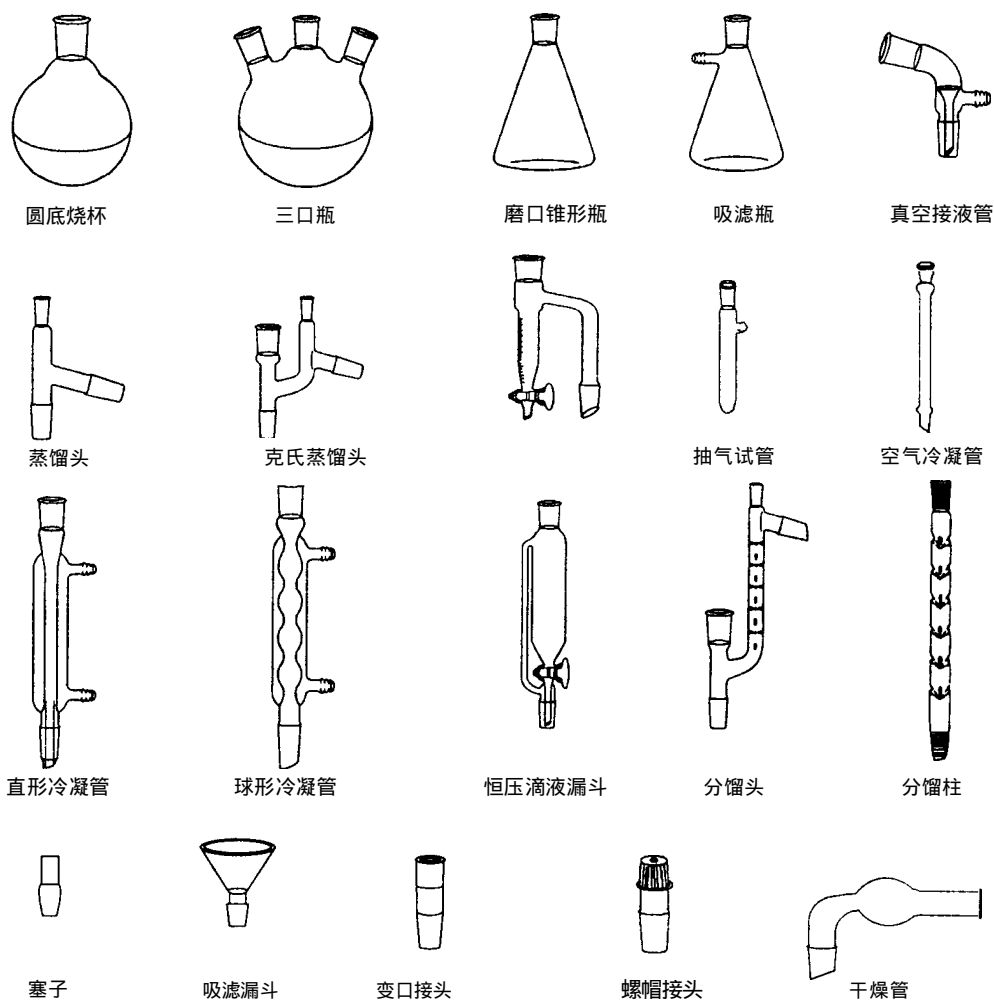


图 1-2 常见磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器均按国际通用技术标准制造，常用的标准磨口规格为 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等，这里的数字编号是指磨口最大端的直径（mm）。有的标准磨口玻璃仪器用两个数字表示，如 10/30，10 表示磨口最大端的直径为 10 mm，30 表示磨口的高度。相同规格的内外磨口仪器可以相互紧密连接，而不同的规格则不能直接连接，但可以通过大小口变口接头，使它们彼此连接起来。使用标准磨口玻璃仪器可免去配塞子、钻孔等手续，又可避免塞子给反应带进杂质的可能，而且磨砂塞与磨口可紧密配合，密封性好。

使用标准磨口玻璃仪器时应该注意：

(1) 磨口表面必须保持清洁，若沾有固体物质，能导致接口处漏气，同时会损坏磨口。

(2) 使用磨口仪器时一般不需涂润滑剂以免玷污产物，但在反应中若有强碱性物质时，则要涂润滑剂以防粘结。减压蒸馏时也要涂一些真空脂类的润滑剂。

(3) 磨口仪器使用完毕后，应立即拆开洗净，以防磨口长期连接使磨口粘结而难以拆开。分液漏斗及滴液漏斗用毕洗净后，必须在活塞处放入小纸片以防粘结。

(4) 安装仪器的方法要正确，首先选好主要仪器的位置，先下后上、从左到右（或从右到左）依次装配，磨口连接处要呈一直线，不能歪斜以免因力量集中而造成仪器的破损。

(5) 在常压下进行反应的装置，要与大气相通，不能密闭。

(6) 夹烧瓶或冷凝管的铁夹的双钳，应贴有橡胶或石棉布，或缠上石棉绳或布条等，以防将仪器夹坏。夹子夹得也不要太紧，以能旋动烧瓶或冷凝管为宜。

1.2.3 清洗仪器

仪器用毕后应养成立即清洗的习惯。清洗玻璃仪器的一般方法是把仪器和毛刷淋湿，蘸取肥皂粉、去污粉或洗涤剂，刷洗仪器内外壁，除去污物后，用清水洗涤干净。若要求洁净度较高时，可依次用洗涤剂、去离子水清洗。

1.2.4 仪器的干燥

在有机反应中，水的存在往往会影响反应的速度和产率，有些反应必须要求在无水条件下才能进行，因此仪器洗涤后常常要干燥。最简单的干燥是把仪器倒置，使水自然流下、晾干，也可将仪器放入烘箱或气流干燥器上烘干。若需要急用则倒尽仪器中的存水后，用少量 95% 乙醇或丙酮荡涤，把溶剂倒入回收瓶中后，用电吹风把仪器中存留的溶剂吹干。

1.3 实验预习、记录和实验报告基本要求

1.3.1 实验预习

实验之前学生必须进行预习，并写好预习报告做到心中有数。

预习要求：明确实验目的，了解实验原理，领会实验步骤和注意事项；根据实验内容从手册或参考书中查出在实验过程中涉及到的化合物的物理常数，其格式见表 1-1。

表 1-1 常用化合物物理常数表

名称	相对分子质量 (M)	密度 (ρ)	熔点 ($mp.$)	沸点 ($bp.$)	溶解度 (S)		
					水 ($S_{\text{水}}$)	乙醇 ($S_{\text{乙醇}}$)	乙醚 ($S_{\text{乙醚}}$)

1.3.2 实验记录

实验记录是研究实验内容、书写实验报告和分析实验成败的依据，因此实验时一定要记录实验的全过程。应仔细观察，认真思索，详细如实地记录时间、试剂级别、用量、反应温度、现象的变化以及产物的性态（性态即指液体还是固体，什么颜色，若是固体则指结晶形态等），每一个做实验的人员都要养成良好的实验记录习惯。建议实验记录的格式见表 1-2。

表 1-2 实验记录格式

时 间	操作步骤	现 象

1.3.3 实验报告基本要求

实验报告是根据实验记录进行整理、总结，对实验中出现的問題从理论上加以分析和讨论，使感性认识发生飞跃提高到理性认识的必要手段。实验报告书写的内容有：反应原理；主要试剂用量及规格；主要试剂及产物的物理常数；仪器装置，实验步骤；实验记录；产物物理状态，产量，产率；最后总结讨论。

在有机化学反应中产率（或称百分产率）的高低和质量的好坏常常是评价一个实验的方法及考核实验者实验技能的重要指标；理论产量和产率的计算方法如下：

实际产量是指实验中实际得到的纯粹产物的数量，简称产量。理论产量是假定反应物完全转化成产物，而根据反应方程式（按投料比摩尔数小的为基准物）计算得到的产物数量。有机反应中，常因为副反应、反应不完全以及分离提纯过程中引起的损失等原因，实际产量总是低于理论产量。产率是指实际产量和理论产量的比值。

以乙酰苯胺的合成实验为例：

把 5 ml (5.1 g, 0.055 mol) 苯胺，7.4 ml (7.8 g, 0.13 mol) 冰醋酸以及 0.1 g 锌粉（防止苯胺氧化），加热反应，经分离提纯得到乙酰苯胺 5g，试计算其产率。其反应方程式如下：



苯胺在反应中，按投料比，其摩尔数较小，因此在计算理论产量时以它为基准。乙酰苯胺相对分子质量为 135。

$$\text{理论产量} = 135 \times 0.055 = 7.4 \text{ g}$$

$$\text{产率} = \frac{5}{7.4} \times 100\% = 67.6\%$$

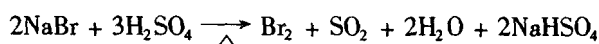
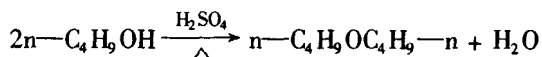
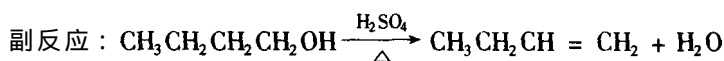
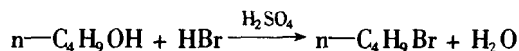
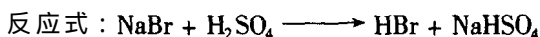
下面是一个合成实验的实验报告示例。

有机化学实验报告

实验名称：正溴丁烷的合成

目的要求：(1) 了解从醇制备溴代烷的原理以及方法；

(2) 初步掌握回流以及气体吸收装置和分液漏斗的使用方法。



主要试剂以及产物的物理常数见表 1-3。

表 1-3 实验用到的主要原料及产物的物理常数

名称	M	性状	n_D^{20}	ρ	mp. /°C	bp. /°C	S		
							S _水	S _{乙醇}	S _{乙醚}
正丁醇	74.12	无色透明液体	1.3993	0.8097	-89.2	117.7	7.920	∞	∞
正溴丁烷	137.03	无色透明液体	1.4398	1.299	-112.4	101.6	不溶	∞	∞

主要试剂用量及规格：

正丁醇 化学纯，2 ml (0.022 mol)

浓硫酸 工业品，密度 1.84

溴化钠 化学纯，2.8 g (0.027 mol)

实验步骤及现象记录见表 1-4。

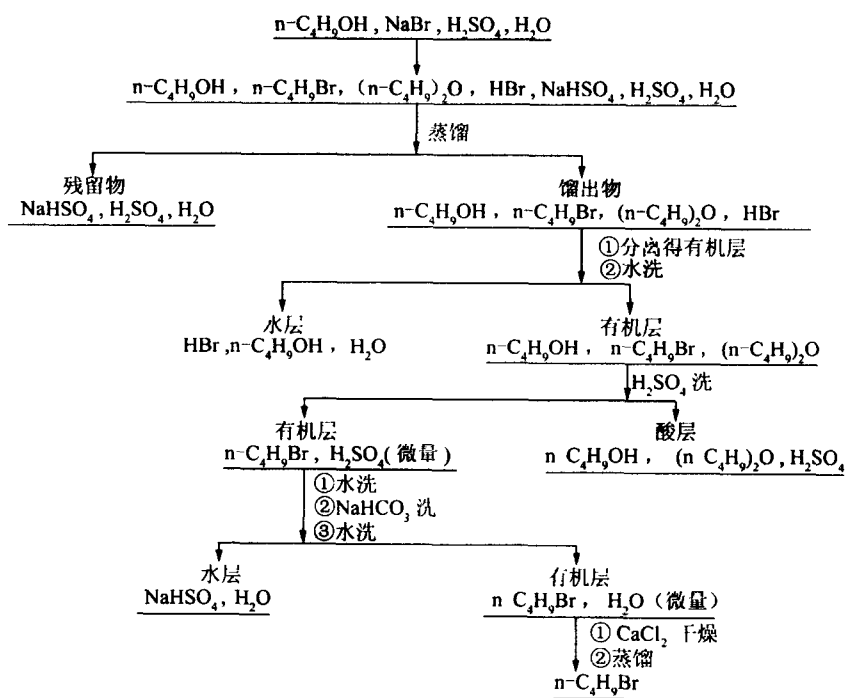
表 1-4 实验步骤及现象记录

步 骤	现 象
(1) 于 25 ml 烧瓶中放 3 ml 水 + 3 ml 浓 H ₂ SO ₄ ， 振摇冷却	放热 烧瓶烫手
(2) + 2 ml n-C ₄ H ₉ OH + 2.8 g NaBr 。振摇 + 沸 石	不分层，有许多 NaBr 未溶。瓶中已出现白雾状 HBr
(3) 装冷凝管、HBr 吸收装置，石棉网小火加 热 1 h	沸腾，瓶中白雾状 HBr 增多。并从冷凝管上升，为气体吸收 装置吸收。瓶中液体由 1 层变成 3 层，上层开始极薄，中层 为橙黄色，上层越来越厚，中层越来越薄，最后消失。上层 颜色由淡黄变为橙黄色

续表 1-4

步 骤	现 象
(4) 稍冷, 改成蒸馏装置, + 沸石, 蒸出 n-C ₄ H ₉ Br	馏出液浑浊, 分层, 瓶中上层越来越少, 最后消失, 消失后过片刻停止蒸馏。蒸馏瓶冷却析出无色透明结晶 (NaHSO ₄)
(5) 粗产物用 2 ml 水洗 在干燥分液漏斗中用 2 ml 浓 H ₂ SO ₄ 洗涤 等体积水洗涤 等体积 10% Na ₂ CO ₃ 洗涤 等体积水洗涤	产物在下层 加一滴浓 H ₂ SO ₄ 沉至下层, 证明产物在上层 二层交界处有些絮状物
(6) 粗产物置 10 ml 锥形瓶中, + 2 g CaCl ₂ , 塞好瓶塞干燥	粗产物有些浑浊, 稍摇后透明
(7) 产物滤入 25ml 蒸馏烧瓶中, + 沸石, 蒸馏, 收集 99 ~ 103 馏分	99 以前馏出液很少, 长时间稳定于 101 ~ 102℃。后升至 103℃, 温度下降, 瓶中液体很少, 停止蒸馏
产物外观, 质量	无色液体, 产物重 1.8 g

粗产物纯化过程及原理:



产率计算：

因其他试剂过量，理论产量应按正丁醇计算。0.022 mol 正丁醇能产生 0.022 mol (即 $0.022 \times 137 = 3.014$ g) 正溴丁烷。

$$\text{产率} = \frac{1.8}{3.014} \times 100\% = 60\%$$

讨论：

(1) 醇能与硫酸生成 铎盐，而卤代烷不溶于硫酸，故随着正丁醇转化为正溴丁烷，烧瓶中分成三层。上层为正溴丁烷，中层可能为硫酸氢正丁酯，中层消失即表示大部分正丁醇已转化为正溴丁烷。上、中两层液体呈橙黄色是由于副反应产生的溴所致。从实验可知溴在正溴丁烷中的溶解度较硫酸中的溶解度大。

(2) 蒸去正溴丁烷后，烧瓶冷却析出的结晶是硫酸氢钠。

(3) 由于操作时疏忽大意，反应开始前忘记加沸石了，使回流不正常，应停止加热，稍微冷却后，再加沸石继续回流，致使操作时间延长。这点今后应引起注意。

2 有机化学实验技术和基本操作

在这一部分里将系统地介绍有机化学实验中较为常用的实验技术。其中部分内容可以安排独立的实验技术训练课，如蒸馏、减压蒸馏、熔沸点测定等，另外一些内容，如升华、折射率测定等可以结合具体的合成实验进行。对任何一项基本实验技术，只有搞清原理并反复运用之后，才可能很好地掌握。

2.1 有机化学微型实验中的物料计量与转移

有机化学实验中常用的物料为液态或固态物质，本教材设计的大多数实验中物料用量范围是 0.02~5 g (常用 1~2 g) (固体) 或 0.5~10 ml (常用 1~5 ml) (液体)。为了确保实验现象与结果的明显可靠，个别实验的试剂用量突破上述范围，而不刻意追求微型。

在化学实验中物质的计量及其误差是极为重要的问题，在分析化学课程中将进行系统深入的学习。不过在“微型有机化学实验”中亦应对“误差”给予足够的重视，因为毕竟我们现在所要处理的物料量比较少，而且还要定量。例如，某一实验中需称量 0.5 g 的物质。如果使用最小分度为 0.2 g 的天平，那么即使称量的绝对误差为 $0.2/2 = 0.1$ g，相对误差也达到了 $0.1/0.5 \times 100\% = 20\%$ 。显然称量的误差太大了。如果再考虑到在实验的各个环节中还会有物料损失，实验的最终结果恐怕就没有可信度而言了。一般来说，对于一名技术熟练的操作人员，有机化学实验结果（主要就合成实验而言）的误差可以控制在 5% 左右。这就要求计量仪器的精度能保证称量误差不高于 5%，一般为 2% 左右，过高的精度并无实际意义。

对于粘度不太大的液体，用移液管量取既方便又有较高的精度；对于体积较大而不需要准确称量的液体物料（如溶剂、洗涤用溶液等）用量筒称量就可以了。值得一提的是，以前体积小于 0.5 ml 的液体只能用称重的方法准确计量，现在则可用具有适当容量的微量移液管快速而准确地量取，只是这类仪器较昂贵。要注意的是，将物质的体积换成质量时，要考虑温度对密度的影响。当取样温度与该物质的密度测定时的温度接近时，可以忽略温度的影响，否则应对密度进行校正或干脆直接改用称重法。对于粘度较大的液体，采用加热后再称重的方法计量误差较小。

固体物质的计量采用称重法。对于吸湿性大的物质，如无水三氯化铝、无水乙酸钾、氯化锌等，保持天平环境干燥和快速称量是提高称量准确度的最好方法。事实上，此时采用常规称量方法很难准确称量。

物料的转移——从一个容器转移到另一个容器，表面上看是一个不值得一提的简单问题，实际上它是实验误差的主要来源。因为任何转移物料的操作，不管是用移液管或滴管移取液体，还是将液体从一个容器倾入另一容器，都会有液体损失，至少会有一部

分粘附于容器壁上，对于粘度大的液体，粘附相当严重。所以尽量减少转移步骤并尽可能减小容器的容积是减少转移误差的最简单和最有效的方法。此外也可以采用适当工具和方法，比如，转移少量液体时，用头部细长的滴管；转移粘度较大的少量液体时，先用低沸点的惰性溶剂稀释；转移低沸点液体时，事先将有关容器冷却等，都是简单而有效的方法。固体物料的转移较简单，重要的是操作要细心，做到肉眼可见的尽可能转移（因为附着在器壁上的固体物质绝大部分能用玻璃棒刮下）。但还是应尽可能采用一些简单有效的方法。如固体物质进行吸滤操作时，如果吸干后的物料能成为一个完整结实的“滤饼”，那么转移时只需用洗耳球对布氏漏斗滤嘴内空腔加压就可一次性干净地转移物料，很少残留。如果再用一把不锈钢刮刀或玻璃刮刀刮去残余部分，效果会更好。

2.2 塞子钻孔和简单玻璃工技术

2.2.1 实验目的

- (1) 熟悉塞子的配置和钻孔技术；
- (2) 练习简单玻璃工操作。

2.2.2 实验技术

使用非标准磨口玻璃仪器进行实验时，仪器与仪器之间需要用塞子、玻璃管等用具连接起来，而滴管、玻璃棒、毛细管又是液体转移、搅拌及减压蒸馏不可缺少的器具，所以塞子的选择、钻孔以及玻璃管（棒）的切割、弯制和滴管、毛细管的制作都是有机化学实验中最基本的实验操作。

2.2.2.1 塞子配置及钻孔

(1) 塞子的选择

实验中常用的塞子有软木塞、橡皮塞和磨口玻璃塞。软木塞与有机物作用较小，但容易被酸、碱所损坏。橡皮塞可以把瓶口塞得很严密，且耐强碱性物质的侵蚀，但易被有机溶剂溶胀。磨口玻璃塞也能把瓶子塞得很严，但不能用于盛碱液的容器。除玻璃塞外，所选择的橡皮塞和软木塞的大小应与仪器的口径相适应，塞子进入仪器口径的部分应为塞子本身高度的 $1/3 \sim 2/3$ ，见图 2-1。所选择的软木塞表面不应该有裂纹和深孔。钻孔前要在压塞机内碾压紧密，以免在钻孔时塞子裂开。



图 2-1 塞子的配置

(2) 塞子钻孔

钻孔的工具是钻孔器，见图 2-2，它是一套直径不同的金属管，一端有柄，另一端很锋利，最细的一个是实心铁杆，用来捅出钻孔时进入钻孔器中的橡皮或软木。塞子所钻孔径的大小，既要使玻璃管或温度计等能较顺利地插入，又要保证插后不会漏气，因此要选择合适的钻孔器。软木塞钻孔时，钻孔器的口径略小于要插入的玻璃管的直径，橡皮塞钻孔则要选择口径略大于要插入的玻璃管的直径的钻孔器。

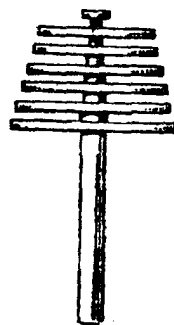


图 2-2 钻孔器

钻孔时，把塞子放在一块小木板上，小的一端朝上，钻孔器与塞面保持垂直，对准位置，略使劲将钻孔器向下向一个方向转动，不可强行推入，不要使钻孔器左右摇摆，不要倾斜。当钻孔至塞子高度的 $1/3 \sim 1/2$ 时，把钻孔器按相反方向取出，用铁杆捅出钻孔中的塞芯，然后再从塞子另一端对准原来的钻孔位置垂直把孔打通。必要时可用圆锉把孔道修理光滑或锉大一些。把玻璃管或温度计插入塞孔时，可把玻璃管或温度计略用水或甘油润湿，以增加润滑，将手握住玻璃管接近塞子的地方，均匀用力，慢慢旋入，握管的手不要离塞子太远，否则易折断玻璃管造成割伤事故，见图 2-3。

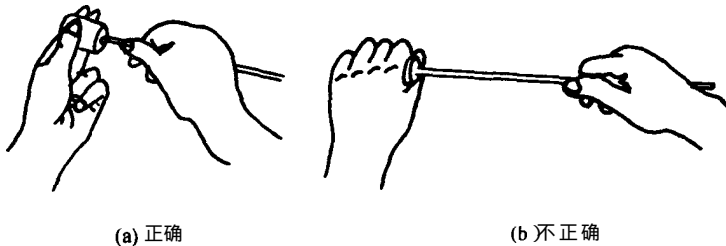


图 2-3 玻璃管插入塞子的方法

2.2.2.2 简单玻璃工操作

(1) 玻璃管（棒）的截断

将洁净、干燥的玻璃管（棒）平放在桌面，用锉刀或小砂轮片或碎瓷片的边棱，在需要截断的地方垂直于玻璃管（棒）的方向，向一个方向锉一个稍深的凹痕，不能来回锉，否则锉痕多且锉刀易钝。两手握住玻璃管（棒），用大拇指顶住锉痕背面的两边，轻轻往前推，同时双手向两边拉，玻璃管（棒）即可平整断开，见图 2-4。玻璃管（棒）的断口处很锋利，有时还不平整，易划破橡皮管或割伤手，所以切割完毕，应该在锉刀上磨一磨断口，或者干脆在火焰上将断口烧圆。

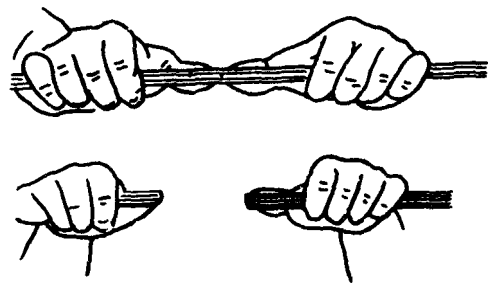


图 2-4 折断玻璃管的方法

(2) 搅拌棒和玻璃钉的制作

将切割好的玻璃棒两端分别在火焰上烧圆，在小火上退火后，放在石棉网上冷却，即成搅拌棒。退火，就是加工完的玻璃工制品，趁热在小火上烧一烧，慢慢移出火源的操作。退火可以减小玻璃制品因骤冷而产生的应力，避免当时炸裂或以后炸裂。所有的玻璃制品加工完后都应进行退火。做好的玻璃工制品应放在石棉网上冷却，不能直接放在桌面上，以防毁坏桌面。

将切割好的玻璃棒一端在火焰上烧红变软，垂直摁在石棉网上，使其成为钉帽形状。一次不成功，可继续再烧，重复第二次，直至成功。注意玻璃棒一定要垂直石棉网，倾斜会使钉帽偏向一侧。玻璃棒的另一端可以做成玻璃铲。将玻璃棒烧红变软，用

平锉刀倾斜摁在石棉网上，使其成铲子状，一次不成功可重复操作。玻璃钉在抽滤过程中挤压溶剂时使用，玻璃铲用于从漏斗中往外刮固体。

(3) 弯玻璃管

两手水平托住干燥洁净的玻璃管，在强火焰上灼烧，见图 2-5，边烧边均匀等速地向一个方向转动，当玻璃管变成橙红色时，移出火焰，顺着重力作用，两手轻轻向上施力，弯成一定角度，见图 2-6 注意用力不要大，速度不要快，否则有可能瘪陷或纠结。如果要弯成小的角度，可以在靠近烧过的部位再加热，进行弯曲，重复操作直到达到所需要的角度。弯好的玻璃管应在同一平面上，弯管处圆畅，管径变化不大。退火后放在石棉网上冷却。

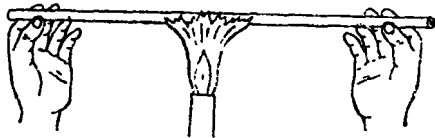


图 2-5 烧管手法

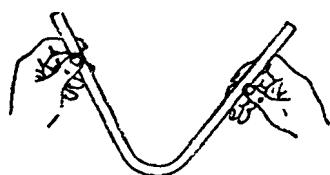


图 2-6 弯管手法

(4) 拉玻璃管

拉玻璃管时加热方法与弯管时基本一样，不过要烧得更软一些，移出火焰后，沿水平方向向两边拉伸，到所需要的细度时，使玻璃管竖直下垂，冷却后按需要截断。拉细的玻璃管的轴心应该与原来的玻璃管相同。

制作滴管时，拉细的玻璃管外径为 2 mm 左右。截取细端长度为 2~3 mm，用小火烧圆细口，注意不要封死。粗端口用强火焰烧软，在石棉网上按一下，使其边缘外翻，冷却后安上胶帽即可使用。

拉制熔点管时，拉细的玻璃管外径为 1 mm 左右，将细管截成 15cm 长的小段，两端熔封，封闭处应该尽量壁薄而没有细微小孔，以防渗漏。冷却后放在大试管中，准备以后测熔点用。用时从当中割断，即得两根熔点管。

沸点管包括内管和外管两部分。内管的粗细和熔点管相同，截成 10cm 左右的小段，一端熔封即可。外管的内径为 3~4 mm，长 7~8 cm，一端熔封。

减压蒸馏所用的毛细管也可以用这种方法制作。其细管直径不大于 1 mm，越细越好，只要能通气就可以。细到一定程度，在使用时，粗管一端可以不用使用夹子控制进气量。

2.2.3 实验内容

2.2.3.1 搅拌棒和玻璃钉的制作

截取 15 cm 长的洁净干燥的玻璃棒两根，其中一根的两端烧圆，当做搅拌棒，另一根的一端做成玻璃钉，另一端做成玻璃铲。

2.2.3.2 玻璃管作品的制作

(1) 滴管 截取长度为 30 cm 的洁净干燥玻璃管一根，做成两根滴管。

(2) 弯玻璃管 截取长度为 15 cm 的洁净干燥的玻璃管两根，分别弯成 120°、90° 的弯管。

(3) 拉制毛细管 截取长度为 15 cm 的洁净干燥的玻璃管 3 根，拉成 6 根减压蒸馏

时使用的毛细管，拉好后，细管一端朝上放入烧杯内。

2.2.3.3 塞子钻孔

挑选两个在蒸馏头上合适的塞子，准备安插温度计和减压蒸馏时的毛细管，分别选择比温度计或毛细管粗管直径略大的钻孔器进行钻孔，然后将温度计或毛细管粗端用水或甘油润湿，小心插入钻好孔的塞中。可以用刚刚做好的搅拌棒代替温度计进行操作。

思 考 题

1. 如果在加热玻璃管要进行弯曲或拉伸时，两手旋转用力不均，会出现什么结果？
2. 制作的玻璃工制品为什么要退火？什么叫退火？
3. 塞子钻孔时，怎样才能使钻孔器垂直于塞子的平面？
4. 在火焰上加热玻璃管时，怎样才能防止玻璃管拉歪？
5. 弯制好的曲玻璃管，如果立即和冷的物件接触，会发生什么不良后果？怎样才能避免？
6. 把玻璃管插入塞子孔道中时要注意什么？怎样才不会割破手？拔出来时怎样操作才会安全？

2.3 加热和冷却

有些有机反应在室温下进行很慢或不能进行，通常需要在加热条件下进行反应；而有些反应，由于反应非常剧烈，常常放出大量的热，使反应难以控制或副产物增多，因此要控制反应温度，使反应在较低的温度下进行。除此之外，有许多基本操作如蒸馏、重结晶等也需要加热或冷却。所以，加热与冷却是有机实验中最常用的技术。

2.3.1 加热

玻璃仪器如烧瓶、烧杯，不能直接用火加热，仪器容易因受热不均或温度剧烈变化而破裂。同时，由于局部过热，还可能致化合物部分分解。如果要控制加热的温度，增大受热面积，使反应物质受热均匀，避免局部过热，最好用适当的热浴加热。

2.3.1.1 水浴

加热温度不超过 80°C 时，最好用水浴加热。可将盛物料的容器部分浸在水中，使水的液面高于容器内液面以受热均匀，注意不要使容器接触水浴锅底部，以免局部过热。调节火焰大小或电炉的功率。把水温控制在需要的范围以内。如果需要加热到 100°C 可用沸水浴或水蒸气浴来加热。如欲停止加热，首先把浴底的火焰移开，再撤去水浴锅即可。

2.3.1.2 油浴

加热温度为 $100\sim 250^{\circ}\text{C}$ 时，可用油浴。油浴的优点在于温度容易控制在一定范围内，容器内的反应物受热均匀。蒸馏或回流时容器内物料的温度一般要比油浴温度低 $5\sim 15^{\circ}\text{C}$ 。常用的油类有液体石蜡、植物油、硬化油（如氢化棉子油）等。新用的植物油

受热至 220℃ 时，往往因部分分解而冒烟，所以加热温度以不超过 200℃ 为宜，用久以后可加热到 220℃。药用液体石蜡可加热到 220℃，硬化油可加热到 250℃ 左右。

用油浴加热时，要注意安全，防止着火。当油的冒烟程度较大时应停止加热。万一着火，最重要的是要镇静，首先关闭煤气开关（或电源），再移去易燃物，然后再用石棉布盖住油浴口，火即可熄灭。油浴中应悬挂温度计，以便调节加热速度，控制温度。油浴中的油量不宜过多，要留有受热膨胀的空间。油浴中不能溅入水滴。

加热完毕后，把容器提离油浴液面，仍用铁夹夹住，悬于油浴上面。等附着于容器外壁上的油流完后，用纸和干布把容器擦净，再移走油浴锅。

2.3.1.3 沙浴

要求加热温度较高时，可以使用沙浴。沙浴使用方便，可加热到 350℃。一般用铁盘或铁锅装沙，将容器半埋在沙浴中加热。沙浴的缺点是沙对热的传导能力差，沙浴温度分布不均匀，且不易控制。因此，容器底部的沙要薄些，使容器易受热；容器周围的沙要厚些，使热不易散失。沙浴中应插温度计，以控制温度；温度计的水银球应靠紧容器。使用沙浴时，桌面要铺石棉板，以防辐射热烤焦桌面。

2.3.1.4 电热套

电热套是一种较好的热源，其最大的优点是方便、卫生、容易控制和安全。电热套的加热部分是用玻璃纤维包裹着的电热丝织成的窝状半圆形的加热器，有控温装置，可以调节温度。但玻璃纤维不能耐高温，一般电热套的加热温度在 300℃ 以内，不过这对有机制备已经足够了。由于电热套不像电炉那样明火加热，因此可以加热和蒸馏易燃有机物。使用电热套时要注意：电热套的容积大小与容器相匹配；不得让有机液体尤其是无机酸碱流到电热套中，否则会引起电阻丝腐蚀或短路，使电热套损坏。

2.3.1.5 空气浴

沸点在 80℃ 以上的液体原则上均可以采用空气浴加热。所谓空气浴，就是利用空气进行间接加热。常用的方法就是用电炉直接进行加热。将容器悬在电炉之上，容器与电炉之间留有一定空隙，电炉的热量通过空气传给容器，这样可以使受热面增大，受热较均匀，但是其均匀程度不如油浴或电热套。空气浴常用于沸点较高、不易燃的液体的常压加热。

2.3.2 冷却

在有机化学实验中，有些反应以及分离、提纯过程要求在低温下进行，通常根据不同要求，选用合适的冷却方法。

2.3.2.1 自然冷却

热的反应物在空气中放置一定时间，使其自然冷却。

2.3.2.2 吹风冷却和流水冷却

当需要快速冷却时，将容器置于冷水流中冲淋或用吹风机吹冷风使其冷却。

2.3.2.3 冷冻剂冷却

最简便和常用的冷却方法是将容器放在冷水浴中。如果需要冷却到室温以下，则可用冰水混合物作冷却剂，它的冷却效果优于单用碎冰，因为它与容器的接触面积大且导

热效果更好。如果水的存在并不影响反应的进行，可以把碎冰直接投入到欲冷却的容器中，这是最有效的冷却方法。

如果需要把体系冷却在 0 以下。常用碎冰和无机盐的混合物作冷却剂。制冰盐冷却剂时，应把盐研细，然后和碎冰按一定比例混合均匀，其配比见表 2-1。

表 2-1 冰盐冷却剂

盐 类	100 份碎冰中加入盐的质量份数	混合物能达到的最低温度/℃
NH ₄ Cl	25	- 15
NaNO ₃	50	- 18
NaCl	33	- 21
CaCl ₂ ·6H ₂ O	100	- 29
CaCl ₂ ·6H ₂ O	143	- 55

在实验室中，最常用的低温冷却剂是碎冰和食盐的混合物，它一般能达到的温度范围是 - 5 ~ - 18℃。如果想达到更低的温度需要干冰（固体 CO₂）和乙醇、乙醚或丙酮的混合物（- 50 ~ - 78℃）；而用液氮可获得更低的温度。必须指出，温度低于 - 38℃ 时，不能用水银温度计，因为低于 - 38.87℃，水银会凝固。对于低于 - 38℃ 的温度，应改用内装有机液体的低温温度计。

2.3.2.4 回流冷凝

许多有机化学反应需要反应物在较长时间内保持沸腾才能完成。为了防止反应物以蒸气的形式逸出，常用回流冷凝装置，使蒸气不断地在冷凝管内冷凝为液体，返回反应器中。回流冷凝管一般用球形冷凝管，冷凝管夹套内自下而上通入冷水，使夹套内充满水，水流速度能保持蒸气充分冷却即可。进行回流时，加热速度以蒸气上升的高度不超过冷凝管的 1/3 为宜。为了防止空气中的湿气侵入反应器或反应过程中有有害气体放出，可在冷凝管上口连接 CaCl₂ 干燥管或气体吸收装置，见图 2-7。回流装置有时也用在重结晶及固-液萃取等方面。

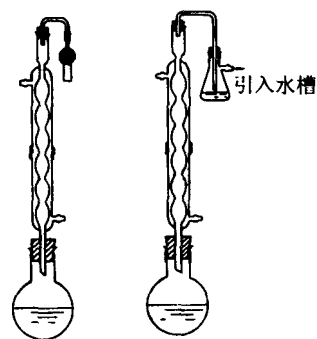


图 2-7 回流冷凝装置

2.4 搅拌与搅拌器

搅拌是有机制备的常用技术，它的目的是为了反应物混合得更均匀，反应体系的热量容易散发和传导使温度分布更均匀，从而有利于反应的进行。特别是对非均相反应，搅拌是必不可少的操作。

搅拌的方法有三种：人工搅拌、机械搅拌和磁力搅拌。简单的，反应时间不长的，溶剂不宜挥发的，反应体系中放出的气体是无毒的实验可以用人工搅拌；比较复杂的，反应时间较长，溶剂较易挥发的，反应体系释放出有毒气体的实验要用后两种方法。

机械搅拌装置主要包括三个部分：电动机、搅拌棒和密封器。电动机是动力部分，固定在牢固的支架上。搅拌棒与电动机相连。当接通电源后，电动机就带动搅拌棒转动而实现搅拌。密封器是搅拌棒与反应器连接的装置。它的作用是既保证搅拌器能平稳转动，又能使反应器密封。搅拌棒的形状有多种多样，密封器也有好多种类型，详见实验室的陈列品。搅拌棒和密封器可以用玻璃或聚四氟乙烯材质制作。

恒速磁力搅拌器，可用于液体恒速搅拌，适用于反应器要求密封良好或装置较复杂的场合，具有使用方便，调速平稳，能自动恒速等优点。磁力搅拌器的型号很多，使用前请详阅使用说明书。

2.5 干燥与干燥剂

在有机化学实验中，有许多反应要求在无水条件下进行。如制备格氏试剂，在反应前要求卤代烃、乙醚绝对干燥；液体有机物在蒸馏前也要进行干燥，以防止水与有机物形成共沸组成或由于少量水与有机物在加热条件下可能发生反应而影响产品纯度；固体有机化合物在测定熔点及有机化合物进行波谱分析前也要进行干燥，否则会影响测试结果的准确性。因此干燥在有机化学实验中既是非常普通又是十分重要的。

干燥方法可分为物理方法和化学方法。物理方法有加热、真空干燥、冷冻、分馏、共沸蒸馏及吸附等。此外，离子交换树脂和分子筛也常用于脱水干燥。离子交换树脂（如苯磺酸钾型阳离子交换树脂）是一种不溶于水、酸、碱和有机物的高分子聚合物。分子筛是多种硅铝酸盐晶体。因为它们内部都有许多空隙或孔穴，可以吸附水分子。加热后，又可释放出水分子，故可反复使用。化学方法是用干燥剂来进行脱水。干燥剂按其脱水作用可分为两类：

- (1) 与水可逆地结合成水合物，如氯化钙、硫酸镁和硫酸钠等。
- (2) 与水起化学反应，生成新的化合物，如金属钠、五氧化二磷和氧化钙等。

2.5.1 液体有机化合物的干燥

2.5.1.1 利用分馏或形成共沸混合物去水

对于不与水生成共沸混合物的液体有机物，例如 CH_3OH 和 H_2O 的混合物，由于沸点相差较大，用分馏即可完全分开。