

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、有机化学实验室规则

有机化学是一门实验性很强的学科，实验在有机化学的学习中占有重要的地位，因此必须做好实验。为保证实验的正常进行、养成良好的实验习惯及培养严谨的科学态度，要求学生必须遵守下列规则：

(1) 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，要明确实验目的和要求，明确实验的基本原理、步骤和操作技术，熟悉实验所需的药品、仪器和装置，明确实验中的注意事项。

(2) 进入实验室后，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、不乱拿乱放、不将公物带出实验室，借用公物要自觉归还，损坏东西要如实登记，出了问题要及时报告。

(3) 操作实验要严格按照操作规程进行。仔细观察，积极思考，及时准确、实事求是地做好实验记录。

(4) 听从教师和实验室工作人员的指导，若有疑难问题或发生意外事故必须立即报告教师，以得到及时解决和处理。

(5) 实验中应始终保持实验室的卫生。做到桌面、地面、水槽和仪器四净。

(6) 严格控制药品的规格和用量，节约用水、用电。

(7) 实验完毕，必须及时做好整理工作。清洗仪器并放到指定位置、处理废物、检查安全、做好记录并交给教师。待教师签字后方可离开实验室。

(8) 每次做完实验，必须认真写出实验报告。

二、有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中经常使用易燃试剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、乙炔和苦味酸等)有毒试剂(如苯肼、硝基苯及氰化物等)有腐蚀性的试剂(如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、溴和烧碱等)而且仪器多为玻璃制品。若使用不当或不加小心，很可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒等事故。为了防止意外事故的发生，使实验顺利进行，因此要求学生除了严格按规程操作外，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) 实验时注意的事项

(1) 实验开始前，应认真进行预习，掌握实验操作；仔细检查仪器是否完整，仪器装置是否正确、平稳。

(2) 熟悉实验室内水、电、煤气的开关，了解试剂和仪器的性能。

(3) 实验中所用的药品，不得随意散失、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，应按规定处理。

(4) 实验过程中不得擅自离岗，实验室内严禁吸烟、饮食。

(5) 熟悉使用各种安全用具（如灭火器、砂桶和急救箱等）。

(6) 实验进行中要认真观察、思考，如实记录实验情况。

(7) 进行有危险性的实验时应使用防护眼镜、面罩和手套等防护用具。

(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) 对易挥发和易燃物，切勿乱倒，应专门回收处理。

(2) 处理易燃试剂时，应远离火源，不能用烧杯等广口容器盛易燃溶剂，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。

实验室如果发生着火事故，应沉着镇静及时采取措施。首先，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，再用砂或石棉布将火盖熄。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熄，火势较大时，应卧地打滚。

除干砂、石棉常备物品外，还常用灭火器灭火。实验室常备下面三种灭火器：

(1) 二氧化碳灭火器。它常用于扑灭油脂、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。但在使用此灭火器时要注意，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实验室中使用。

(3) 泡沫灭火器。内装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，注意不能用于电器灭火。

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、干燥的金属炔化物等，受热或剧烈振动易发生爆炸。使用时必须严格按操作规程进行。

(2) 如果仪器装置不正确，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，不能造成密闭体系。减压或加压操作时，注意仪器装置能否承受其压力，装置完毕后，应作空白实验，实验中应随时注意体系压力的变化。

(3) 若遇反应过于剧烈，致使某些化合物因受热分解，体系热量和气体体积突增而发生爆炸，通常可用冷冻、控制加料等措施缓和反应。

3. 中毒

化学药品大多有毒，因此实验中要注意以下几点，以防止中毒：

(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，应在通风橱内操作，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。

此外，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，用消毒过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。伤口如果较大，应立即用绷带扎紧伤口上部，以防止大量出血，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水冲洗患处，再根据具体情况，选用下列方法处理后，立即送往医院。

(1) 酸、碱液或溴入眼中：立即先用大量水冲洗；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。

若玻璃碎片入眼中，应用清水冲洗，切勿用手揉擦。

(2) 皮肤被酸、碱或溴液灼伤：立即先用大量水冲洗。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，造成中毒；则解毒方法要视具体情况而定。

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

(2) 刺激性及神经性毒物：可先服牛奶或鸡蛋白使之缓解，再用约 30 g 硫酸镁溶于一杯水中，服用催吐。也可用手按压舌根促使呕吐，随即送医院。

(3) 有毒气体：先将中毒者移到室外，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。

5. 急救药箱

为了及时处理事故，实验室中应备有急救药箱。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、獾油、碘酒、紫药水、酒精、磺胺药物、甘油和橡皮膏等。

(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。

三、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，都不能用火直接加热；注意：厚

壁器皿如抽滤瓶均不能加热。锥形瓶不能用于减压系统。有刻度的计量容器如量筒不能高温烘烤；带活塞的玻璃仪器用过洗净后，应在活塞与磨口之间垫上纸片，以防粘着；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，以免炸裂。

标准磨口仪器是带有标准内磨口及标准外磨口的玻璃仪器，相同编号的标准内外磨口可以互相严密连接。标准磨口是根据国际通用的技术标准制造的，国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口，磨口部分的锥度为 1:10 即轴向长度 $H=10\text{ mm}$ 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 14 mm 锥体长度为 23 mm。

(一) 常见玻璃仪器

1. 普通玻璃仪器（见图 1-1A）



图 1-1A 常用普通玻璃仪器

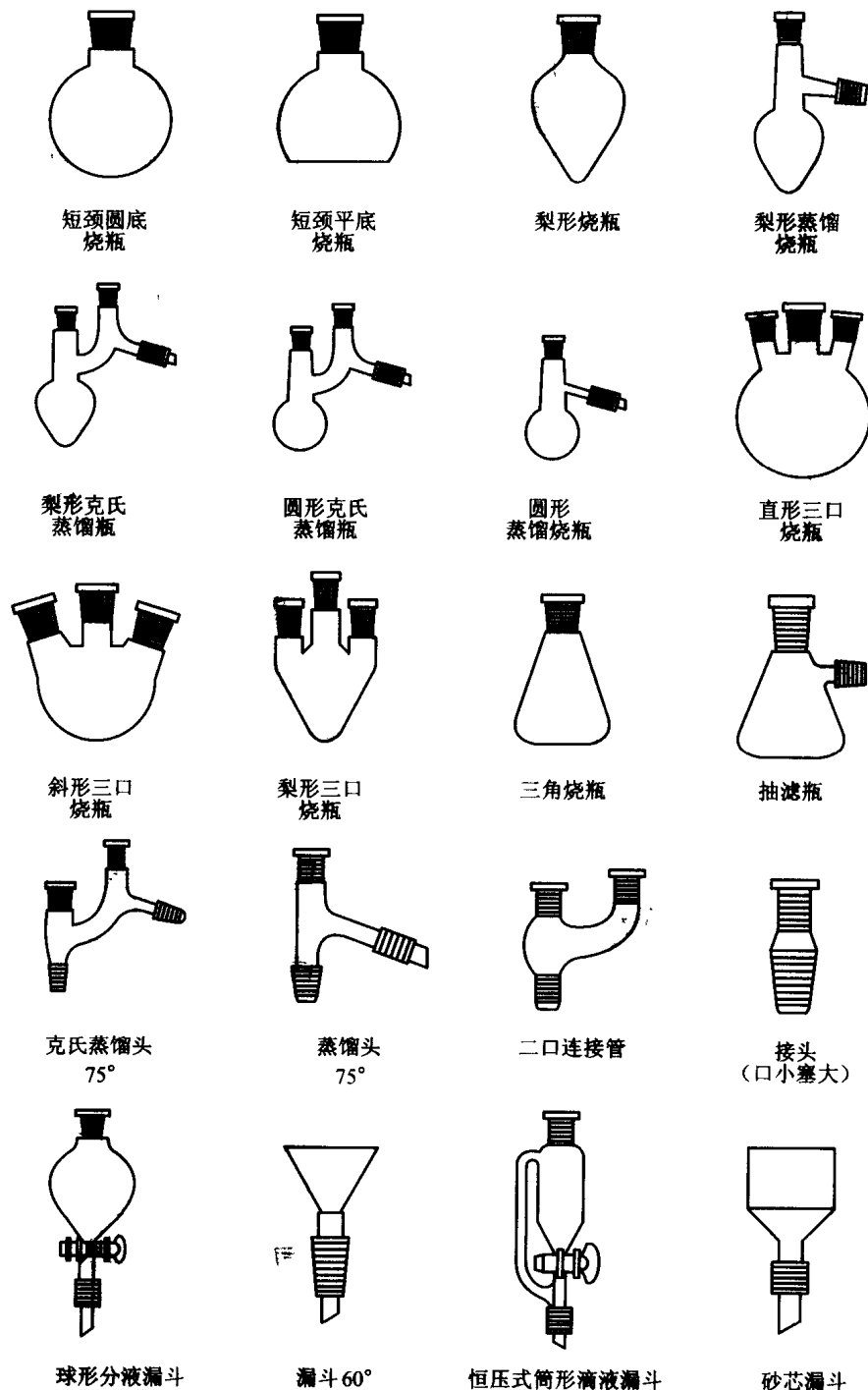
由于磨口仪器具有一定的标准，因此使用磨口仪器时须注意以下几点：

- (1) 磨口处须洁净，不得粘有固体杂物，否则，对接不紧密，甚至损坏磨口。
- (2) 用后立即拆卸洗净，各部件须分开存放。洗涤磨口时，可用合成洗衣粉或洗涤剂洗刷，避免用去污粉等擦洗，以免损坏磨口。带活塞或塞子的磨口玻璃仪器，活塞或塞子不能随意调换，应垫上纸片存放。

(3) 常压下使用，无需涂润滑油，以免沾污反应物或产物。但反应中有强碱时，应涂润滑剂以免磨口连接处受碱腐蚀粘牢。减压操作时，磨口全部表面应涂上一层薄薄的润滑脂。

(4) 安装时，仪器装置要整齐、正确，使磨口连接处受力均匀，以免折断仪器。

2. 标准磨口仪器 见图 1-1B)



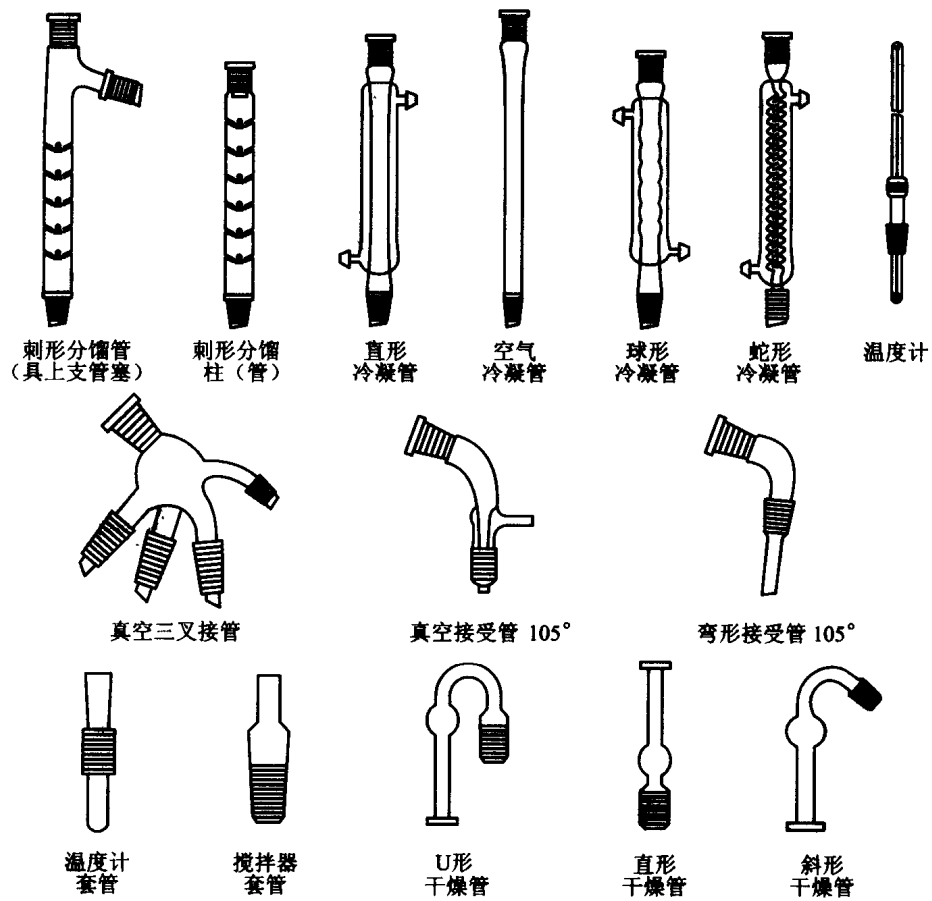


图 1-1B 常用标准磨口玻璃仪器

3. 微型仪器 (见图 1-1C)

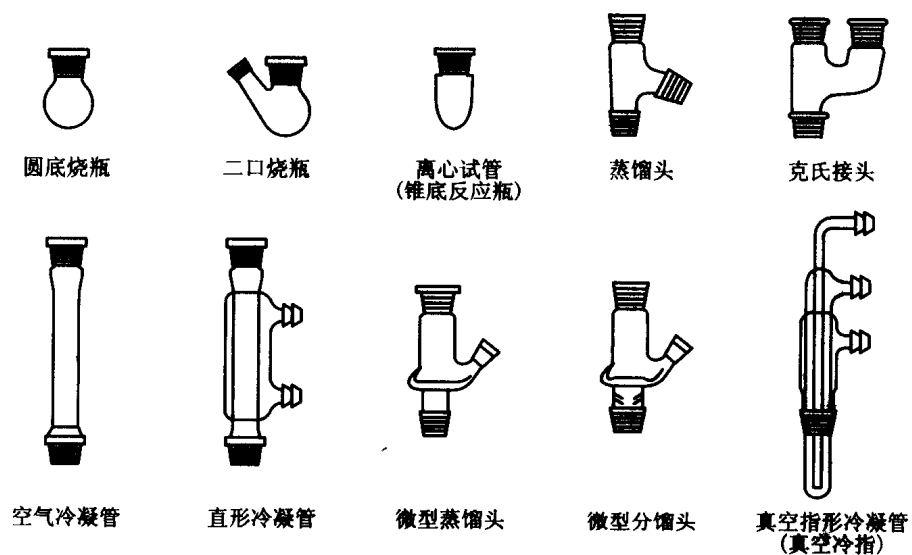




图 1-1C 国产微型化学制备仪器示意图

(二) 玻璃仪器的清洗

1. 仪器的清洗

实验中所用仪器必须保持洁净，实验台面放置的仪器、用具必须整齐。实验者应养成实验完毕后立即洗净仪器的习惯，因为当时对残渣的成因和性质是清楚的，容易找出合适的处理方法。如酸性或碱性残渣，分别可用碱液或酸液处理。

最简单的清洗方法是用毛刷和去污粉或合成洗衣粉洗刷，再用清水冲洗。对于金属氧化物和碳酸盐，可用盐酸洗；银镜和铜镜可用硝酸洗；对一些焦油和碳化残渣，若用强酸或强碱洗不掉，可采用铬酸洗液（洗液的配制见附录六，铬酸洗液呈红棕色，经长期使用变绿色时，即告失效。使用铬酸洗液时应避免被水稀释。）浸洗。有时也可用废有机溶剂清洗。

一般实验中所用仪器洗净的标志是：仪器倒置时，器壁不挂水珠。

2. 仪器的干燥

(1) 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 100~120 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，要拔出活塞或盖子后，才可加热烘干。

(3) 吹干：对冷凝管和蒸馏瓶等，可用电吹风将仪器吹干。

(4) 用有机溶剂干燥：对小体积且急需干燥的仪器可用此法。将仪器洗净后，先用少量酒精或丙酮漂洗，然后用电吹风吹干。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，经常使用塞子和对玻璃管进行加工。这也是有机化学实验工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皮塞或软木塞来封闭瓶口和连接普通玻璃仪器的各部件，瓶塞选配得当与否，对仪器的安装和实验能否顺利进行有很大的关系。选用软木塞，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 1-2）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 1-3）。

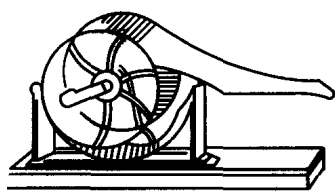


图 1-2 软木塞滚压器

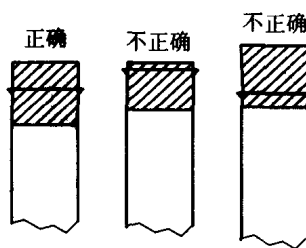


图 1-3 塞子的配置

(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。将软木塞先在 3 份皮胶、5 份甘油和 100 份水的溶液中浸泡 15~20 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 1 min。若用来通有腐蚀性气体（如氯气）的橡皮管也应这样处理。

(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 1-4），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，钻孔器应刚好能套在要插入橡皮

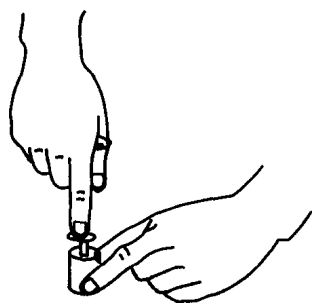


图 1-4 橡皮塞的钻孔

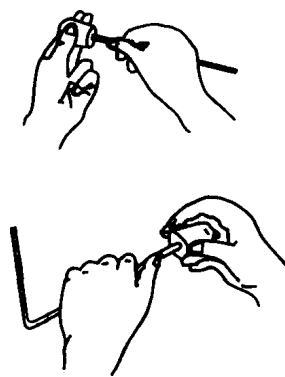


图 1-5 温度计或玻璃管配塞的操作

塞管子的外面。打孔器的前部最好敷以凡士林，使之润滑便于钻入。必要时，塞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，可先用水或甘油润滑玻璃管插入的一端，然后一手持塞子，一手捏着玻璃管靠近塞子的部位（必要时也可戴手套或用布包着玻璃管），逐渐旋转插入（图 1-5）。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。

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，一手捏紧玻璃管，一手持锉刀，用锋利的边缘压在欲截处（图 1-6），从与玻璃管垂直的方向用力向内或向外划出一锉痕（只能按单一方向划）然后用两手握住玻璃管 锉痕向外 两拇指压于痕口背面轻轻推压 同时两手向外拉（也可用抹布包住）则玻璃管即在锉痕处断裂（图 1-7）。为了使玻璃管口处平滑，可用锉刀面轻轻将其锉平，或将断口放在火焰上烧熔，使之光滑。方法是将断口放在氧化焰的边缘，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。

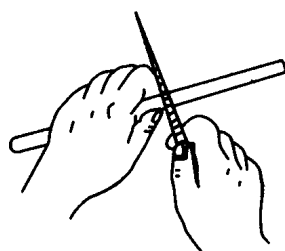


图 1-6 玻璃管的切割

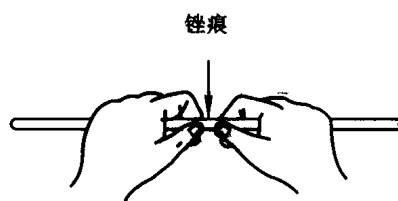


图 1-7 玻璃管的折断

截断较粗的玻璃管时，可利用玻璃管骤热、骤冷易裂的性质，采取下面的方法：将一根末端拉细的玻璃管在灯焰上加热至白炽，使成熔球，立即触放到用水滴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：弯玻璃管时，先将玻璃管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，将需弯曲处放在氧化焰中加热，同时两手等速缓慢地旋转玻璃管，使之受热均匀。当玻璃管适当软化但又尚不会自动变形时，迅速离开火焰，然后轻轻地顺势弯曲所需角度（图 1-8a），若玻璃管要弯成较小的角度时，可分多次弯成。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 1-8b）。

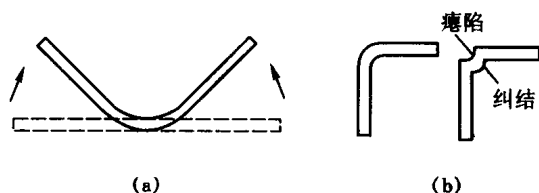


图 1-8 弯成的玻璃管

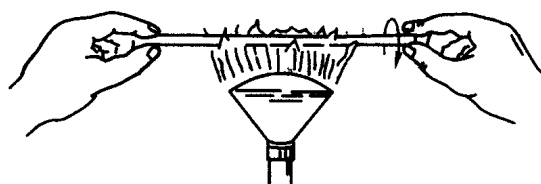


图 1-9 前后转动玻璃管，使四周受热均匀

(3) 滴管的拉制：选取粗细、长度均适当的干净玻璃管，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 1-9）。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，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 1-10）。待冷却后，从拉细部分的中间切断，即得两支滴管。然后每支在粗的一端用喷灯烧软，在石棉网上垂直下压，使端头直径稍微变大，装上橡皮乳头即可使用。

(4) 毛细管的拉制 取一支干净的细玻璃管（直径约 1 cm、壁厚约 1 mm）放在喷灯上加热，火焰由小到大，同时不断均匀地转动玻璃管，当玻璃管被烧黄软化时，立即离开火焰，两手水平地边拉边转动，开始拉时要慢一些，然后再较快地拉长，直到拉成直径约为 1 mm 的毛细管（图 1-11）。把拉好的毛细管按所需长度的两倍截断，两端用小火封闭以免贮藏时有灰尘和湿气进入。使用时，从中间截断，即可做熔点管和沸点管的内管。若拉成直径为 0.1 mm 左右的毛细管，可用于制作层析点样管。

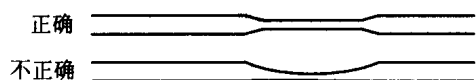


图 1-10 拉细后的玻璃管

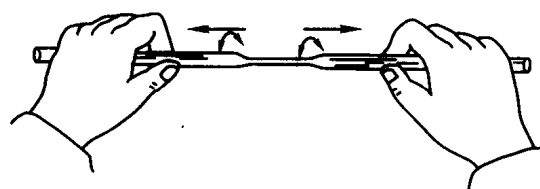


图 1-11 拉制毛细管

(四) 加热和冷却。

1. 加热

由于有些有机反应在常温下很难进行、或反应速率很慢，因此常要加热来使反应加速，一般反应温度每提高 10°C ，反应速率就相应增加一倍。实验室中常采用的加热方法有直接加热、热浴加热和电热套加热。

(1) 直接加热：在玻璃仪器下垫石棉网进行加热。加热时，灯焰要对着石棉块，不要偏向铁丝网，否则造成局部过热，仪器受热不均匀，甚至发生仪器破损。这种加热方式只适用于沸点高且不易燃烧的物质。

(2) 水浴加热 加热温度在 80°C 以下的可用水浴。加热时，将容器下部浸入热水中（热浴的液面高度应略高于容器中的液面），切勿使容器接触水浴锅底。调节火焰的大小，使浴中水温控制在所需的温度范围之内。如需要加热到接近 100°C ，可用沸水浴或水蒸气浴。由于水的不断蒸发，应注意及时补加热水。

(3) 油浴加热：如果加热温度在 $80\sim 250^{\circ}\text{C}$ 之间，可用油浴。常用的油类见表 1-1。

表 1-1 常用的油浴

油 类	液体石蜡	豆油和棉子油	硬化油	甘油和邻苯二甲酸二丁酯
可加热的最高温度	220°C	200°C	250°C	$140\sim 180^{\circ}\text{C}$

由于油易燃，加热时油蒸气易污染实验室和着火。因此，应在油浴中悬挂温度计，随时观察和调节温度。若发现油严重冒烟，应立即停止加热。注意油浴温度不要超过所能达到的最高温度。植物油中加 1% 对苯二酚，可增加其热稳定性。

(4) 砂浴加热 加热温度在 250~350 之间的可用砂浴。一般用铁盘装砂，将容器下部埋在砂中，并保持底部有薄砂层，四周的砂稍厚些。因为砂子的导热效果较差，温度分布不均匀，温度计水银球要紧靠容器。

此外，也可用与容器大小一致的电热包或封闭式电炉加热。

(5) 电热套加热：电热套用玻璃纤维丝与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（单位：ml）分为 50, 100, 150, 200, 250 等规格最大可到 3000 ml。此设备不用明火加热，使用较安全。由于它的结构是半圆形的，在加热时，烧瓶处于热气流中，因此，加热效率较高。使用时应注意，不要将药品洒在电热套中，以免加热时药品挥发污染环境，同时避免电热丝被腐蚀而断开。用完后放在干燥处，否则内部吸潮后会降低绝缘性能。

2. 冷却

在有些放热反应中，随着反应的进行，温度不断上升，反应愈加猛烈，而同时副反应也增多。因此，必须用适当的冷却剂，使反应温度控制在一定范围内。此外，冷却也用于减小某化合物在溶剂中的溶解度，以便得到更多的结晶。

根据冷却的温度不同，可选用不同的冷却剂。最简单的方法是将反应容器浸在冷水中。若反应要求在室温以下进行，可选用冰或冰-水作冷却剂。若水对整个反应无影响，也可将冰块直接投入反应容器内。

如果要进行 0 以下的冷却，可用碎冰加无机盐的混合物作冷却剂（见表 1-2）。注意在制备冷却剂时，应把盐研细，再与冰按一定比例混合。

表 1-2 冰盐冷却剂

盐 类	100 份碎冰中加入盐的份数	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

固体二氧化碳（干冰）和某些有机溶剂（乙醇、氯仿等）混合，可得更低温度（-50~-78℃）。必须指出，温度低于 -38 时，不能用水银温度计，应使用内装有机液体的低温温度计。

(五) 干燥

干燥是指除去固体、液体和气体内少量水分（也包括除去有机溶剂）。有机化学实验中，干燥是既普遍又重要的基本操作之一。如：样品的干燥与否直接影响熔点、沸点测定的准确性；有些有机反应要求原料和产品‘绝对’无水，为防止在空气中吸潮，在与空气相通的地方还必须安装各种干燥管。因此，对干燥操作必须严格要求，认真对待。

干燥方法一般可分为：物理法和化学法。

物理法有吸附、分馏及共沸蒸馏等。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。分子筛是多水硅铝酸盐晶体，因它们内部都有许多空隙或孔穴，可以吸附水分子。加热后，又释放出水分子，故可反复使用。

化学法是用干燥剂去水。按其去水作用可分为两类：第一类与水可逆地结合生成水合物，如无水氯化钙、无水硫酸镁等。第二类与水不可逆地生成新的化合物，如金属钠、五氧化二磷等。实验中，应用较广的是第一类干燥剂。

1. 液体有机化合物的干燥

(1) 利用分馏或生成共沸混合物去水：对于不与水生成共沸混合物的液体有机物，若其沸点与水相差较大，可用精密分馏柱分开。还可利用某些有机物与水形成共沸混合物的特性，向待干燥的有机物中加入另一些有机物，由于该有机物与水所形成的共沸混合物的共沸点，低于待干燥有机物的沸点，蒸馏时可逐渐将水带出，从而达到干燥的目的。

(2) 使用干燥剂去水：

干燥剂的选择：选择干燥剂时，除考虑干燥效能外，还应注意下列几点，否则，将失去干燥的意义。

(a) 不能与被干燥的有机物发生任何化学反应或起催化作用。

(b) 不溶于该有机物中。

(c) 干燥速度快 吸水量大 价格低廉。

通常是先用第一类干燥剂后，再用第二类干燥剂除去残留的微量水分，而且仅要在要彻底干燥的情况下，才用第二类干燥剂。各种有机物常用的干燥剂见表 1-3。

表 1-3 各类有机物常用干燥剂

化合物类型	干燥剂	化合物类型	干燥剂
烃	CaCl ₂ 、Na、P ₂ O ₅	酮	K ₂ CO ₃ 、CaCl ₂ 、MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄
卤代烃	MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄ 、CaCl ₂ 、P ₂ O ₅	酸、酚	MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄
醇	K ₂ CO ₃ 、MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄ 、CaO	酯	MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄ 、K ₂ CO ₃
醚	CaCl ₂ 、Na、P ₂ O ₅	胺	KOH、NaOH、K ₂ CO ₃ 、CaO
醛	MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄	硝基化合物	CaCl ₂ 、MgSO ₄ 、Na ₂ SO ₄

干燥剂的效能：干燥剂的性能是指达到平衡时液体被干燥的程度。对于形成水合物的无机酸盐类干燥剂，常用吸水后结晶水的蒸气压来表示。例如硫酸钠形成 10 个结晶水的水合物，其吸水容量（指单位质量干燥剂所吸的水量）达 1.25；氯化钙最多能形成 6 个结晶水的水合物，其吸水容量达 0.97 两者在 25℃ 时水蒸气压分别为 253.27 Pa 及 39.99 Pa。因此，硫酸钠的吸水容量较大，但干燥效能弱。氯化钙则不然。所以，在干燥含水量较多又不易干燥的化合物时，常先用吸水容量较大的干燥剂除去大部分水，然后再用干燥效能强的干燥剂。常用干燥剂的性能与应用范围见表 1-4。

干燥剂的用量：干燥剂的用量可根据干燥剂的吸水量和水在液体中的溶解度以及液体的分子结构来估计。一般对于含亲水基团的化合物（如醇、醚、胺等），干燥剂的用量要过量多些，而

表 1-4 常用干燥剂的性能与应用范围

干燥剂	吸水作用	吸水容量	干燥性能	干燥速度	应用范围
氯化钙	形成 $\text{CaCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ $n = 1, 2, 4, 6$	0.97 (按 $n = 6$ 计)	中等	较快	常用的液体和气体干燥剂,但不能用于醇、酚、胺、酰胺及某些醛、酮的干燥
硫酸镁	形成 $\text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ $n = 1, 2, 4, 5, 6, 7$	1.05 (按 $n = 7$ 计)	较弱	较快	干燥酯、醛、酮、腈、酰胺等
硫酸钠	$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	1.25	弱	缓慢	一般用于有机液体的初步干燥
硫酸钙	$\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0.06	强	快	作最后干燥之用(与硫酸镁配合)
氢氧化钾 (钠)	溶于水	—	中等	快	用于干燥胺、杂环等碱性化合物
金属钠	$\text{Na} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{NaOH} + 1/2\text{H}_2$	—	强	快	只用于干燥醚、烃类中少量水分
氧化钙	$\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$	—	强	较快	用于干燥低级醇类
五氧化二磷	$\text{P}_2\text{O}_5 + 3\text{H}_2\text{O} \longrightarrow 2\text{H}_3\text{PO}_4$	—	强	快	用于干燥醚、烃、卤代烃、腈
分子筛	物理吸附	0.25	强	快	用于干燥各类有机物

不含亲水基团的化合物要过量少些。由于各种因素的影响,很难规定具体的用量。大体上说,每 10 ml 液体约需 0.5~1 g。

但在干燥前,要尽量分净待干燥液体中的水,不应有任何可见水层及悬浮水珠。将液体置于锥形瓶中,加入干燥剂,其颗粒大小适宜。太大,吸水缓慢;过细,吸附有机物较多,且难以分离),塞紧瓶口,振荡片刻,静置观察。若发现干燥剂粘结于瓶壁,应补加干燥剂。然后放置至少半小时以上,最好过夜。有时干燥前液体显浑浊,干燥后可变为澄清,以此作为水分已基本除去的标志。已干燥的液体,可直接滤入蒸馏瓶中进行蒸馏。

2. 固体有机化合物的干燥

固体有机化合物的干燥主要指除去残留在固体中的少量低沸点有机溶剂。

(1) 干燥方法:

自然干燥:适用于干燥在空气中稳定、不分解、不吸潮的固体。干燥时,把待干燥的物质放在干燥洁净的表面皿或其他敞口容器中,薄薄摊开,任其在空气中通风晾干。这是最简便、最经济的干燥方法。

加热干燥:适用于熔点较高且遇热不分解的固体。把待烘干的固体,放在表面皿或蒸发皿中,用恒温烘箱或红外灯烘干。注意加热温度必须低于固体有机物的熔点。

干燥器干燥:凡易吸潮分解或升华的物质,最好放在干燥器内干燥。干燥器内常用的干燥剂见表 1-5。

表 1-5 干燥器内常用的干燥剂

干燥剂	吸去的溶剂或其他杂质
CaO	水、醋酸、氯化氢
CaCl ₂	水、醇
NaOH	水、醋酸、氯化氢、酚、醇
H ₂ SO ₄ *	水、醋酸、醇
P ₂ O ₅	水、醇
石蜡片	醇、醚、石油醚、苯、甲苯、氯仿、四氯化碳
硅胶	水

* 为了判断硫酸是否失效，通常在 100 ml 浓硫酸中，溶解 18 g 硫酸钡，硫酸吸水后浓度降到 84% 以下，有细小的硫酸钡结晶析出，就应更换硫酸。

(2) 干燥器的类型：

普通干燥器：因其干燥效率不高且所需时间较长，一般用于保存易吸潮的药品。

真空干燥器：它的干燥效率比普通干燥器好。使用时，注意真空度不宜过高。一般以水泵抽至盖子推不动即可。启盖前，必须首先缓缓放入空气，然后启盖，防止气流冲散样品。

真空恒温干燥器：干燥效率高，特别适用于除去结晶水或结晶醇。但此法仅适用于少量样品的干燥。

3. 气体的干燥

气体的干燥主要用吸附法。

(1) 用吸附剂吸水：吸附剂是指对水有较大亲和力，但不与水形成化合物，且加热后可重新使用的物质，如氧化铝、硅胶等。前者吸水量可达其质量的 15%~20% 后者可达其质量的 20%~30%。

(2) 用干燥剂吸水：装干燥剂的仪器一般有干燥管、干燥塔、U 形管及各种形式的洗气瓶。前三者装固体干燥剂，后者装液体干燥剂。根据待干燥气体的性质、潮湿程度、反应条件及干燥剂的用量可选择不同仪器。一般气体干燥时所用的干燥剂见表 1-6。

表 1-6 干燥气体时所用的干燥剂

干燥剂	可干燥的气体
CaO、NaOH、KOH、碱石灰	NH ₃ 类
无水 CaCl ₂	H ₂ 、HCl、CO ₂ 、SO ₂ 、N ₂ 、O ₂ 、低级烷烃、醚、烯烃、卤代烃
P ₂ O ₅	H ₂ 、O ₂ 、CO ₂ 、SO ₂ 、N ₂ 、烷烃、乙烯
浓 H ₂ SO ₄	H ₂ 、N ₂ 、CO ₂ 、Cl ₂ 、HCl、烷烃
CaBr ₂ 、ZnBr ₂	HBr

为使干燥效果更好，应注意以下几点：

用无水氯化钙、生石灰干燥气体时，均应用颗粒状，勿用粉末状，以防吸潮后结块堵塞。

用气体洗气瓶时，应注意进、出管口，不能接错。并调好气体流速，不宜过快。

干燥完毕，应立即关闭各通路，以防吸潮。

四、其他常用仪器设备简介

实验室有很多电器设备，使用时应注意安全，并保持这些设备的清洁，千万不要将药品洒到设备上。

1. 烘箱

实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱，主要用于干燥玻璃仪器或无腐蚀性、热稳定好的药品。使用时应先调好温度（烘玻璃仪器一般控制在 $100\sim 110^{\circ}\text{C}$ ）。刚洗好的仪器应将水控干后再放入烘箱中。烘仪器时，将烘热干燥的仪器放在上边，湿仪器放在下边，以防湿仪器上的水滴到热仪器上造成仪器炸裂。热仪器取出后，不要马上碰冷的物体如冷水、金属用具等。带旋塞或具塞的仪器，应取下塞子后再放入烘箱中烘干。

2. 气流烘干机

气流烘干机是一种用于快速烘干仪器的设备，如图 1-12。使用时，将仪器洗干净后，甩掉多余的水分，然后将仪器套在烘干器的多孔金属管上。注意随时调节热空气的温度。气流烘干机不宜长时间加热，以免烧坏电机和电热丝。

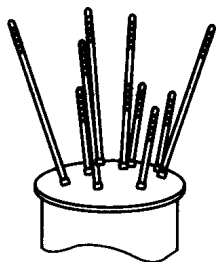


图 1-12 气流烘干机

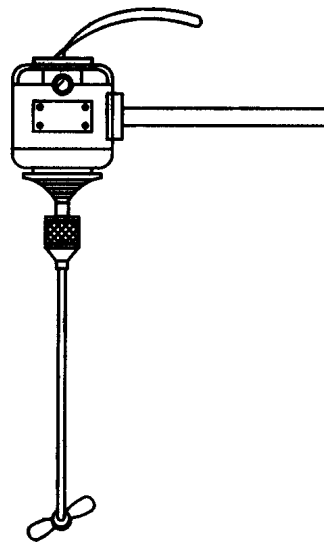


图 1-13 电动搅拌器

3. 电吹风

实验室用电吹风，主要是供纸色谱、薄层色谱驱赶溶剂及玻璃仪器快速干燥用，应具有可吹冷、热风功能。不宜长时间连续吹热风，以防损坏热丝。用后保存前应加油保养、存放干燥处，以防潮、防腐蚀。

4. 电动搅拌器

电动搅拌器（见图 1-13），用于反应器内搅拌，使用时注意接地，安装端正、无障碍，使转动活络，应随时检查马达发热情况，以免超负载运转而烧坏。不宜用于太粘稠液体的搅拌。用后保存要事先加润滑油，注意防潮、防腐蚀。

5. 电磁搅拌器

这种搅拌器主要由一个可旋转的磁铁和用玻璃或聚四氟乙烯密封的磁转子组成，仪器附有电热板，转速和温度开关均有专用电位器控制和调节（见图 1-14）。使用时，把磁转子投入反应器内，将反应器置于磁力搅拌器的托盘（电热板）上，接通电源，慢慢开启调速旋钮至合适的速度档即可，用毕后，切断电源，所有旋钮应复到零位。注意切勿使水或反应液漏进搅拌器内，以防短路损坏。存放时也应防潮、防腐蚀。

6. 调压变压器

调压变压器分为两类，一类可与电热套相连用来调节电热套温度，另一类可与电动搅拌器相连用来调节搅拌器速度。也可以将两种功能集中在一台仪器上，这样使用起来更为方便。但是两种仪器由于内部结构不同不能相互串用，否则会将仪器烧毁。使用时应注意以下几点：

(1) 先将调压器调至零点，再接通电源。

(2) 使用旧式调压器时，应注意安全，要接好地线，以防外壳带电。注意输出端与输入端不要接错。

(3) 使用时，先接通电源，再调节旋钮到所需要的位置（根据加热温度或搅拌速度来调节）。调节变换时，应缓慢进行。无论使用哪种调压变压器都不能超负荷运行，最大使用量为满负荷的 $2/3$ 。

(4) 用完后将旋钮调至零点，关上开关，拔掉电源插头，放在干燥通风处，应保持调压变压器的清洁，以防腐蚀。

7. 旋转蒸发器

可用来回收、蒸发有机溶剂。由于它使用方便，近年来在有机实验室中被广泛使用。它利用一台电机带动可旋转的蒸发器（一般用圆底烧瓶）、冷凝管、接收瓶，如图 1-15 所示。此装置可在常压或减压下使用，可一次进料，也可分批进料。由于蒸发器在不断旋转，可免加沸石而不会暴沸。同时，液体附于壁上形成了一层液膜，加大了蒸发面积，使蒸发速度加快。使用时应注意：

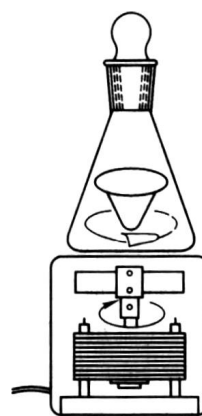


图 1-14 电磁搅拌器

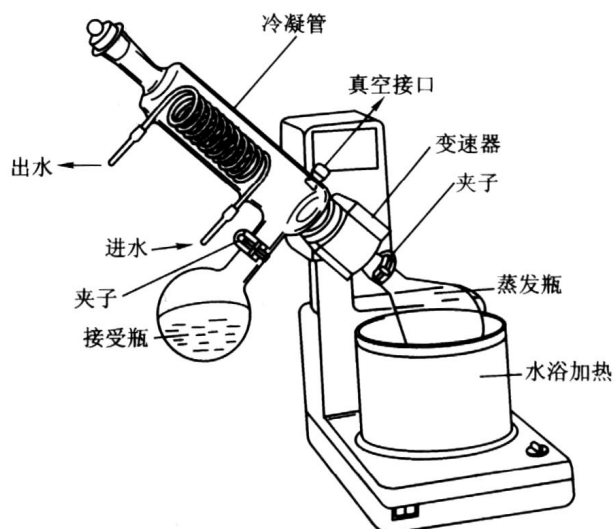


图 1-15 旋转蒸发器

(1) 减压蒸馏时,当温度高、真空度低时,瓶内液体可能会暴沸。此时,及时转动插管开关,通入冷空气降低真空度即可。对于不同的物料,应找出合适的温度与真空度,以平稳地进行蒸馏。

(2) 停止蒸发时,先停止加热,再切断电源,最后停止抽真空。若烧瓶取不下来,可趁热用木槌轻轻敲打,以便取下。

8. 电子天平

电子天平是实验室常用的称量设备,尤其在微量、半微量实验中经常使用。

Scout 电子天平是一种比较精密的称量仪器,其设计精良,可靠耐用(图 1-16)。它采用前面板控制,具有简单易懂的菜单,可自动关机。电源可以采用 9 V 电池或随机提供的适配器。

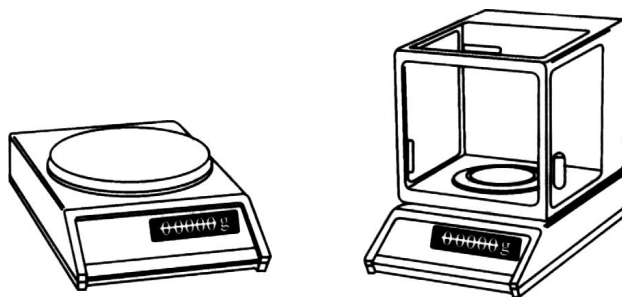


图 1-16 电子天平

使用方法如下:

(1) 开机:按 Rezero on,瞬时显示所用的内容符号后依次出现软件版本号和 0.0000 g。热机时间为 5 min。

(2) 关机:按 Mode off 直至显示屏指示 off,然后松开此键实现关机。

(3) 称量:天平可选用的称量单位有:克(g)、盎司(oz)、英两(ozt)、英担(dwt)。重复按 Mode off 选定所需要的单位,然后按 Rezero on,调至零点(一般已调好,请不要动)。在天平的称量盘上添加需要称量的样品,从显示屏上读数。

(4) 去皮:在称量容器内的样品时,可通过去皮功能,将称量盘上的容器质量从总质量中除去。将空的容器放在称量盘上,按 Rezero on 使显示屏置零,加入所称量的样品,天平即显示出净质量,并可保持容器的质量直至再次按 Rezero on。

电子天平是一种比较精密的仪器,因此,使用时应注意维护和保养:

(1) 天平应放在清洁、稳定的环境中,以保证测量的准确性。勿放在通风、有磁场或产生磁场的设备附近,勿在温度变化大、有震动或存在腐蚀性气体的环境中使用。

(2) 请保持机壳和称量台的清洁,以保证天平的准确性,可用蘸有柔性洗涤剂的湿布擦洗。

(3) 将校准砝码存放在安全干燥的场所,在不使用时拔掉交流适配器,长时间不用时请取出电池。

(4) 使用时,请不要超过天平的最大量程。

9. 循环水多用真空泵

循环水多用真空泵是以循环水作为流体,利用射流产生负压的原理而设计的一种新型多用真空泵,广泛用于蒸发、蒸馏、结晶、过滤、减压和升华等操作中。由于水可以循环使用,避免了直排水的现象,节水效果明显。因此,是实验室理想的减压设备。水泵一般用于对真空度要求不高