

# 第一部分 有机化学实验的基本知识

有机化学实验中，会经常使用易燃易爆的气体和溶剂，如氢气、乙炔、乙醚、乙醇、丙酮、苯和石油醚等。使用有毒和有腐蚀性的药品，如氰化物、硝基苯、有机磷化合物、浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、烧碱、溴和氯磺酸等。所有这些药品，如使用不当，就有可能发生实验室着火、爆炸，实验人员烧伤或中毒等事故。同时，一般有机化学实验所使用的仪器大多是玻璃制品，如不注意，容易发生破损，从而引起事故。此外，在使用煤气和电器设备时，如处理不当，也会发生事故。因此，进行有机化学实验时，必须十分注意安全。

各种事故的发生往往是由于不熟悉仪器、药品的性能，未按操作规程进行实验或思想麻痹大意所引起的。只要实验前充分预习教材中有关内容，实验中认真操作，加强安全措施，事故是可以避免的。为更好地完成实验，防止事故及发生事故后做好及时的处理，学生应了解有机化学实验的基本知识，并切实遵守。

## 一、有机化学实验室守则

有机化学是一门实验性很强的学科，学习有机化学必须做好有机化学实验。为了保证实验的正常进行，养成良好的实验习惯和工作作风，学生必须遵守下列规则。

1. 实验前必须认真预习有关实验的全部内容，并做好预习笔记和实验安排。通过预习，明确实验目的、要求，实验的基本原理、步骤和有关的操作技术；熟悉实验所需的药品、仪器和装置；了解实验中的注意事项。

2. 做好一切准备工作后方能开始实验。

3. 必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不大声说笑，不擅离实验岗位，不乱拿乱放，不将公物带出实验室，借用公物应自觉归还，损坏物品要如实登记，出现问题必须及时报告。

4. 实验过程中，必须严格按操作规程进行操作。仔细观察，积极思考，及时准确、实事求是地做好实验记录。

5. 服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请教师及时解决和处理。

6. 应自始至终注意实验室的整洁，做到桌面、地面、水槽和仪器四净。

7. 公用仪器、药品和工具，应在指定地点使用，用后立即归还还原处并保持其整洁。节约水、电、煤气和药品。严格控制药品的规格和用量。

8. 实验完毕，必须及时做好后处理工作（包括清洗仪器、处理废物、检查安全等），将记录（合成实验要上交产品）交教师审阅，待教师签字后方可离开实验室。

9. 每次实验后，应该尽快、认真地完成实验报告。

10. 轮流值日，值日生负责整理公用仪器，打扫实验室卫生，清理废物，并协助实验室工作人员检查和关好水、电、煤气及门窗。

## 二、有机化学实验室安全知识

### （一）实验中的一般注意事项

1. 实验开始前，应按要求认真地进行实验预习。安排好实验，仔细检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥。

2. 实验中必须做到熟悉药品和仪器的性能及装配要点。清楚实验室内水、电、煤气的管线开关和各种钢瓶的标记，切忌弄错，绝对禁止违规操作。

3. 实验进行时，要仔细观察，认真思考。如实记录实验情况，经常注意仪器有无漏气、碎裂和反应是否正常进行等。

4. 对有可能发生危险的实验，应采取必要的防护措施，如佩戴防护眼镜、面罩、手套等。

5. 实验进行中，各种药品不得随意散失或丢弃，反应中所产生的有害气体必须按规定进行处理，以免污染环境。

6. 严禁在实验室内吸烟、饮食。

7. 正确使用玻璃管、玻璃棒和温度计。

8. 熟练使用各种安全用具。

### （二）实验中事故的预防、处理和急救

#### 1. 割伤

有机实验中主要使用玻璃仪器，使用的原则是不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

一般有下列几种情况容易造成割伤：

(1) 装配仪器时用力过猛或装配不当；

(2) 装配仪器时用力处远离连接部位；

(3) 仪器口径不合适而勉强连接；

(4) 玻璃折断面未烧圆滑，有棱角。

预防玻璃割伤，要注意以下几点：

(1) 玻璃管（棒）切割后，断面应在火焰上烧熔以消除棱角；

(2) 注意仪器的配套；

(3) 正确操作。

如果不慎发生割伤事故要及时处理，先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大，用蒸馏水洗净伤口，再涂上消炎药水，并用止血纱布包扎好。若伤口较大或割破了主动脉血管，则应用力按住主动脉血管，防止大量出血，并及时送医院治疗。

## 2. 着火

预防着火要注意以下几点：

(1) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物，加热时应根据实验要求及易燃物的特点选择热源，注意远离明火；

(2) 尽量防止或减少易燃物的气体外逸，倾倒时要熄灭火源，而且要注意室内的通风，及时排出室内的有机物蒸气；

(3) 易燃及易挥发物，不得倒入废液缸内，量较大时要专门回收处理（金属钠残渣要用乙醇销毁）；

(4) 实验室不准存放大量易燃物；

(5) 防止煤气管、阀漏气。

实验室如果发生了着火事故，应沉着镇静，及时地采取措施，控制事故的扩大。首先，立即熄灭附近所有火源，切断电源，移开未着火的易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势设法扑火。

常用的灭火剂有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火剂等。干砂和石棉布也是实验室中经济、常用的灭火材料。

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危害小，特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。

四氯化碳灭火器和泡沫灭火器，虽然也都具有较好的灭火性能，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，给后续处理带来麻烦。因此，除非不得已，否则最好不用这两种灭火器。

不管用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心扑灭。大多数场合下有机物着火不能用水来扑灭。因为一般有机物都比水轻，泼水后火焰不但不熄，反而漂浮在水面燃烧，并随水流蔓延。

地面或桌面着火，如火势不大，可用淋湿的抹布来灭火或砂子扑救；反应瓶内有机物的着火，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，或在地上滚动以熄灭火焰，以免造成更大的火灾。

## 3. 爆炸

实验时，若仪器堵塞或装配不当，减压蒸馏使用不耐压的仪器，违规使用易燃物，反应过于猛烈或难以控制等，都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故，应注意以下几点：

(1) 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。

(2) 减压蒸馏时，不要使用机械强度小的仪器（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) 使用易燃易爆物（如氢气、乙炔和过氧化物等）或遇水易燃烧爆炸的物质如钠、钾等时应特别小心，严格遵守操作规程。

(4) 对于过于猛烈的反应，要根据不同情况，采取冷冻或降低加料速度等方式，使反应平稳进行。

(5) 必要时可设置防爆屏。

#### 4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性，产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。在实验中，要防止中毒，应切实做到以下几点：

(1) 药品不要沾在皮肤上，尤其是毒性大的药品。实验完毕后应立即洗手。称量任何药品都应使用工具，不得用手直接接触。一般药品溅到手上，通常是用水和乙醇洗去。实验时若身体出现中毒特征，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、瞳孔放大或体表出现斑点时应及时送往医院。

(2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时要防止有机物蒸气扩散到实验室内，对有可能生成有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行。

(3) 对沾染过有毒物质的仪器和用具，实验完毕应立即采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。

#### 5. 灼伤

皮肤接触了高温（如热的物体、火焰、蒸气等）低温（如干冰、液氮等）和腐蚀性物质（如强酸、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。

实验中发生灼伤，要根据不同的灼伤情况分别采取不同的处理方法。如被灼热的玻璃烫伤，应在患处涂以正红花油，然后擦一些烫伤软膏。被酸或碱灼伤时，首先应立即用大量水冲洗，若为酸灼伤，再用  $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  碳酸氢钠溶液冲洗；若为碱灼伤，则再用  $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硼酸溶液冲洗，最后均再次用水冲洗。被溴灼伤时，应立即用  $2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色，然后用甘油加以按摩；严重者要消毒灼伤面，并涂上软膏，送医院就医。

除金属钾、钠等活泼金属外，任何药品溅入眼内，都要立即用大量水冲洗。冲洗后，如果眼睛仍未恢复正常，应马上送医院就医。

## 6. 用电安全

进入实验室后，首先应了解水、电、煤气的开关位置在何处，而且要掌握它们的使用方法。在实验中，应先将电器设备上的插头与插座连接好后，再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插入或拔出插头。使用电器前，应检查线路连接是否正确，电器内外要保持干燥，不能有水或其他溶剂。实验做完后，应先关掉电源，再拔出插头。

为处理以上事故需要，实验室应常备以下急救物品：

(1) 医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、烫伤膏、硼酸溶液 ( $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )、碳酸氢钠溶液 ( $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )、硫代硫酸钠溶液 ( $2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 等。

(2) 医用镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等。

## 三、有机化学实验常用仪器和装置

实验前实验者应该熟悉实验中用到的玻璃仪器、实验装置和相关的设备。现将有机化学实验中比较常见的玻璃仪器和其他一些主要仪器设备分别介绍如下。

### (一) 玻璃仪器

#### 1. 常用的普通玻璃仪器

化学实验用玻璃仪器一般都是由钾或钠玻璃制成，使用时要注意以下几点：

(1) 使用玻璃仪器时要轻拿轻放。

(2) 加热玻璃仪器时要垫石棉网（对试管加热时可以例外）。

(3) 厚壁玻璃器皿（如抽滤瓶）不能用来加热；锥形瓶不能在减压时使用；广口容器如烧杯不能贮放有机溶剂；计量容器如量筒不能高温烘烤。

(4) 使用玻璃仪器后要及时清洗、干燥（不急用的，一般以晾干为好）。

(5) 有旋塞的玻璃器皿在清洗后，在旋塞与磨口之间应放纸片，以防黏结。

(6) 不能用温度计做搅拌棒。温度计用后应缓慢冷却，特别是用有机液体做膨胀液的温度计，由于膨胀液黏度较大，冷却快了液柱断线；不能用冷水冲洗热温度计，以免炸裂。

图 1 是有机化学实验中常见的普通玻璃仪器，在基础化学实验中使用过的如烧杯、滴定管等一些玻璃仪器在这里不再介绍。

#### 2. 常用的标准接口玻璃仪器

标准接口的玻璃仪器在有机化学实验中经常会用到。标准接口的玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器，是按国际通用的技术标准制造的。由于口塞的标准化，磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意互换，能组装成各种配

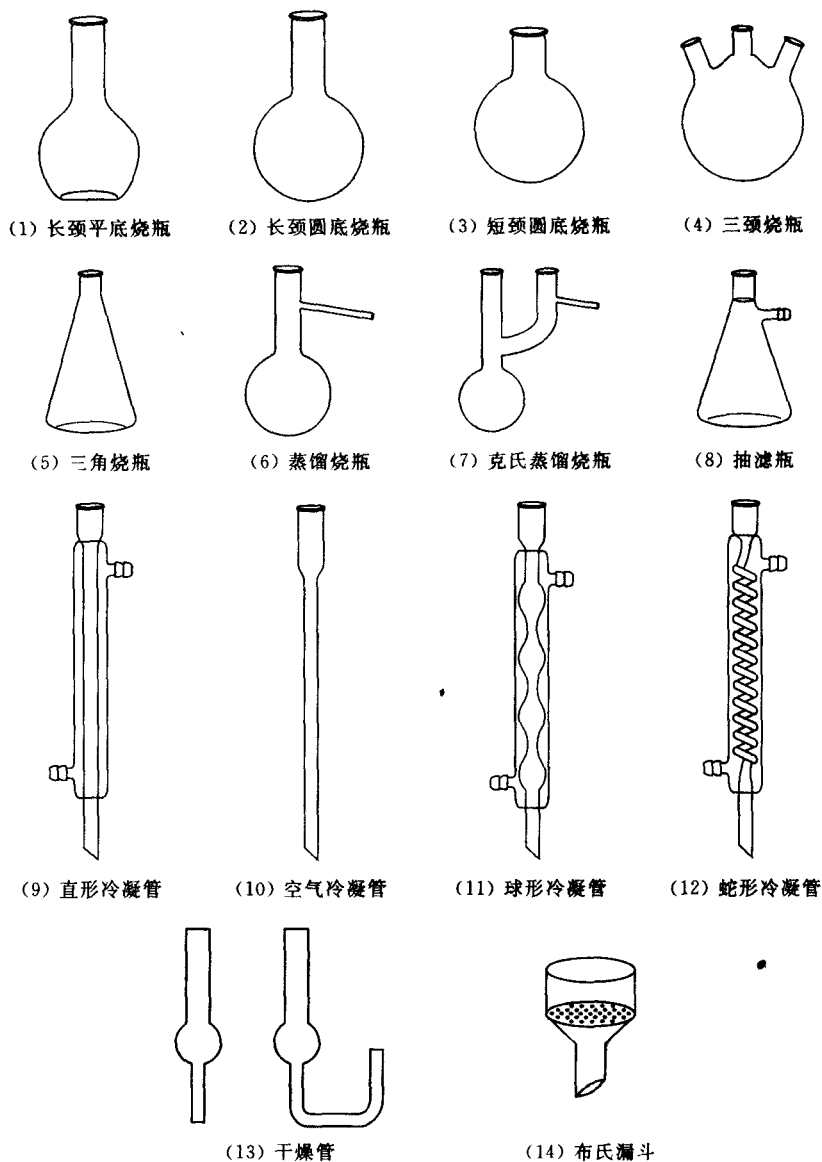


图 1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

套仪器。当不同规格的玻璃仪器因磨口编号不同，无法直接连接时，则可借助于不同编号的磨口变径接头使之连接起来。使用标准接口的玻璃仪器既可免去配置塞子的麻烦，又能避免反应物或产物被塞子污染。磨口玻璃仪器密封性能好，对蒸馏十分有利，如可以比较安全地对有毒性或挥发性的液体进行蒸馏操作；在减压蒸馏时，能使实验装置充分密闭，并能达到较高的真空度。

标准接口仪器的每个部件在其显著部位均有烤印的白色标志，表明规格。通常标准接口仪器的规格编号有 10、12、14、16、19、24、29、34、40、50 等。这些规格编号是指接口最大端直径数值（单位为 mm）。相同编号的内外磨口可以紧密连接。接口仪器也有用两个数字表示其磨口大小的，如 14/30，表示该磨口仪器最大端直径为 14 mm 磨口长度为 30 mm。普通实验室中学生使用的常量标准接口玻璃仪器一般为 19 号的磨口仪器，半微量实验中采用的是 14 号的磨口仪器，微量实验中采用 10 号的磨口仪器。

使用标准接口仪器时应注意下列事项：

(1) 磨口必须洁净，不得沾有固体物质，否则会使磨口对接不紧密，甚至损坏磨口。

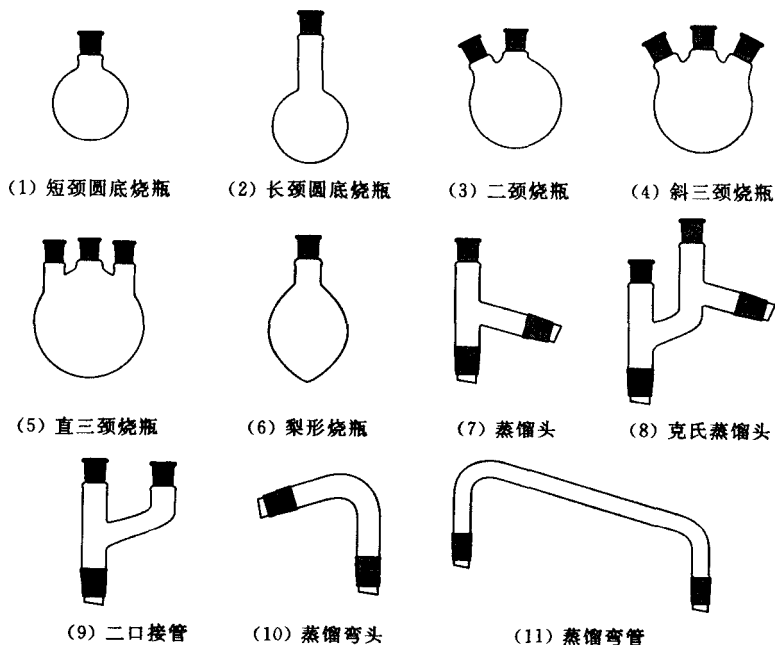
(2) 用后应立即拆卸洗净，否则若放置太久，磨口的连接处会黏结，很难拆开。

(3) 一般使用时，磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物。若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而黏结，无法拆开。对于减压蒸馏，所有磨口应涂润滑剂，保证装置密封性好。

(4) 安装磨口仪器时，应注意整齐、正确，不要使磨口连接处受歪斜的应力，否则仪器容易破裂。

(5) 洗涤磨口时，应避免用去污粉擦洗，以免损坏磨口。

图 2 是有机化学实验中常用的一些标准接口玻璃仪器。



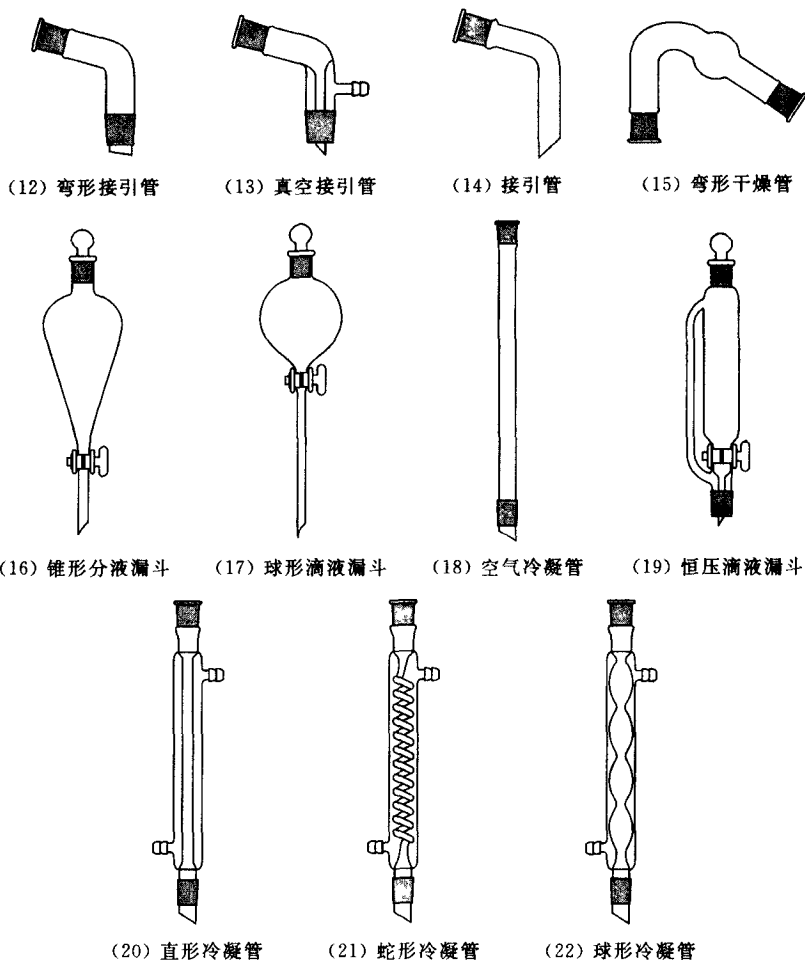


图 2 有机化学实验常用标准接口玻璃仪器

### 3. 玻璃仪器的清洗和干燥

使用清洁的实验仪器是实验成功的重要条件，也是从事化学工作应有的良好习惯。

#### (1) 玻璃仪器的清洗

使用清洁的玻璃仪器，可以避免杂质对反应的影响，在进行实验时，应养成仪器使用完毕后立即洗净的习惯，污物存留时间久了，会增加洗涤困难。洗涤仪器的简易方法是用毛刷和洗衣粉擦洗，再用清水冲干净。仪器倒置，器壁不挂水珠，即已洗净，可供一般实验使用。

有些有机反应残留物为胶状或焦油状，用洗衣粉很难洗净，这时可根据具体情况采用规格较低或回收的有机溶剂（如乙醇、丙酮等）浸泡，或用稀氢氧化钠溶

液、浓硝酸煮沸除去。但不能盲目使用化学试剂和有机溶剂来洗涤玻璃仪器，以免造成危险或浪费。

实验室里也常用铬酸洗液洗涤玻璃仪器。铬酸洗液呈红棕色，当经过长期使用变成绿色时，即告失效。在使用铬酸洗液前，应把仪器上的污物，特别是还原性物质尽量洗净。一般少用洗液，因为有机物多具还原性易使洗液失效。使用洗液时要特别注意使用安全。

## (2) 玻璃仪器的干燥

进行有机化学实验的玻璃仪器除要洗净外，常常还应干燥。如有些反应要求在无水条件下进行，因而必须将仪器严格干燥后再使用。干燥玻璃仪器的方法有以下几种：

**自然晾干** 将洗净的仪器瓶口向下放置，使其中水流尽，在空气中自然晾干，即可供大多数有机化学实验使用。

**在烘箱中烘干** 玻璃仪器放入烘箱内烘干，仪器口向上。带有磨砂口玻璃塞的仪器必须取出旋塞再烘干。计量仪器、冷凝管等切不可在烘箱内烘烤。

**用热空气吹干** 常用气流干燥器（如图 3 所示）或用电吹风机把仪器吹干。

**使用有机溶剂干燥** 实验急用时可用有机溶剂帮助干燥仪器，如将洗净的仪器用少量丙酮荡洗几次，再用电吹风吹干即可使用。

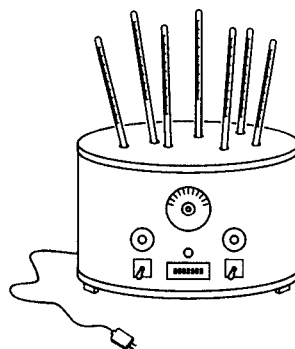


图 3 气流干燥器

## (二) 有机化学实验的一般装置

### 1. 金属用具

在有机化学实验中常用的金属器具有铁架台、烧瓶夹、冷凝管夹（又称万能夹）铁圈、S扣、三脚架、水浴锅、镊子、锉刀、打孔器、不锈钢小勺等。这些器具应放在实验室规定的地方。要保持这些器件的清洁，使用时不要乱拿乱放，经常在其活动部位加上一些润滑剂，以保证活动灵活不生锈。

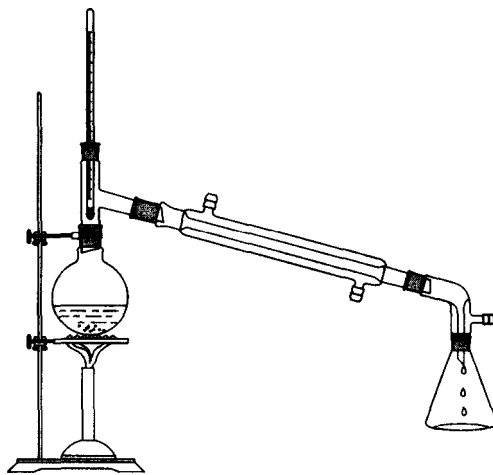
### 2. 常用的一般实验装置

在有机化学实验中，安装好实验装置是做好实验的基本保证。反应装置一般根据实验要求组合。这里只简单介绍几种有机化学实验中常用的反应装置，如普通蒸馏装置、回流反应装置、减压蒸馏装置、水蒸气蒸馏装置和气体吸收及抽气过滤装置等。

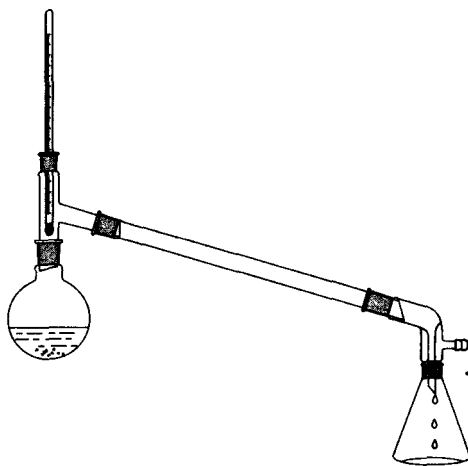
#### (1) 蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体，或除去有机溶剂的常用方法。

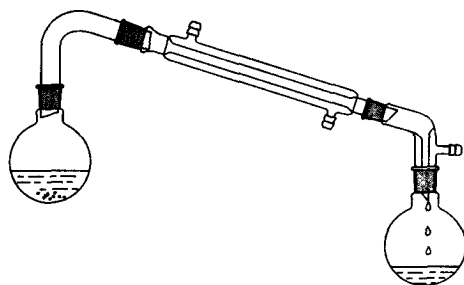
图 4 是最常用的几种蒸馏装置。蒸馏装置主要由气化、冷凝（冷却水自下而上）



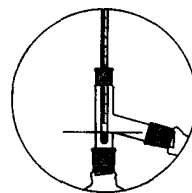
(1) 普通蒸馏装置



(2) 空气冷凝蒸馏装置



(3) 简单蒸馏装置



(4) 蒸馏装置中温度计的位置

图 4 蒸馏装置（标准接口）

和接收三大部分组成。如果蒸馏过程需要防潮，在接收部分与大气相通位置安装一干燥管即可。如果蒸馏沸点在 140℃ 以上，则应改用空气冷凝管进行蒸馏，因为如使用直形冷凝管，通水后，可能会由于液体蒸气温度较高而使冷凝管炸裂。

## (2) 回流装置

有机化学实验常用的回流装置如图 5 所示。回流加热前应先加入沸石，根据瓶内液体沸腾的温度，可选用水浴、油浴、石棉网直接加热等方式。回流的速度应控制在液体蒸气浸润不超过两个球为宜。如果回流过程要求无水操作，则应加上防潮装置。如果回流过程中会产生有毒或刺激性气味的气体，则应添加气体吸收装置。

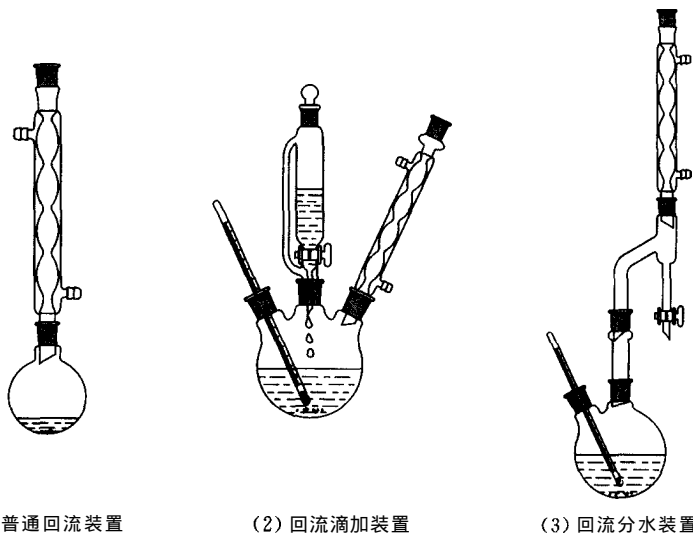


图 5 回流装置（标准接口）

## (3) 减压蒸馏装置

图 6 是常用的减压蒸馏装置，主要由蒸馏部分、接收部分、减压部分和保护及测压部分组成。

蒸馏部分（A）减压蒸馏用双颈蒸馏烧瓶（也称克氏蒸馏烧瓶），其主要优点是可以减少液体沸腾时由于暴沸或泡沫的发生而溅入蒸馏烧瓶支管的现象。为了防止液体产生暴沸而冲入冷凝管，在减压圆底烧瓶中插一根末端拉成毛细管的玻璃管（C），毛细管下端伸到距瓶底 1~2 mm 处，毛细管上端套一根橡皮管，并用螺旋夹（D）夹住，螺旋夹用来调节空气的进入量，使空气流经毛细管进入蒸馏烧瓶，冒出连续微小的气泡，作为液体沸腾的汽化中心，使蒸馏平稳地

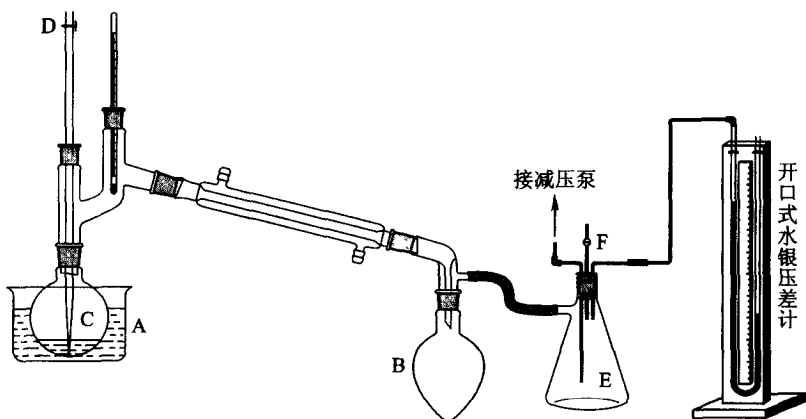


图 6 减压蒸馏装置

进行。

接收部分 (B) 可使用圆底烧瓶或梨形烧瓶。蒸馏时如果要分段接收馏分而又不想中断蒸馏, 则可使用多头接液管。转动多头接液管, 即可使不同的馏分流入指定的接收器中 (如图 7 所示)。

由于减压蒸馏的特殊性, 要求使用的器材必须是耐压的。此外, 要注意蒸馏液体的量不能装多 (一般为圆底烧瓶容积的  $1/3 \sim 1/2$ )。

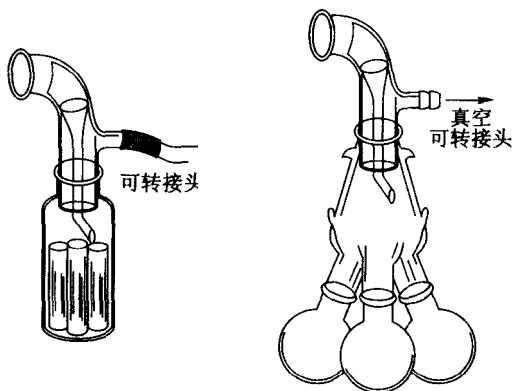


图 7 多头接液管

**减压部分** 在有机化学实验中通常使用的减压泵有水泵和油泵两种。水泵理论上可把压力降到相当于当时水温下水蒸气压力 (如  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  为  $3167.9\text{ Pa}$ ,  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  为  $1228.0\text{ Pa}$ ) , 这样的真空度可以满足一般减压蒸馏的需要。油泵可把压

力降至  $0.013\sim 13\text{ Pa}$ ，甚至更低，但有机溶剂的减压蒸馏一般不用油泵减压，而应使用水泵。因为有机物的蒸气、水蒸气和酸性气体一旦进入油泵，会使油泵内气压增高，同时水蒸气凝结在泵里会使泵油乳化，使泵的真空效能下降，酸性气体会还对泵造成腐蚀。为了防止有害气体进入泵中，泵前可加装冷阱和干燥吸收塔等吸收装置。冷阱和吸收塔的作用是当用油泵进行减压时，防止易挥发的有机溶剂、酸性物质和水蒸气进入油泵，以免污染泵油、腐蚀机件。

**保护及测压装置** 此部分主要由安全瓶（E）和压力计组成。安全瓶也叫缓冲瓶，其作用是防止装置内的压力发生突然变化及泵油倒吸，对整个减压蒸馏系统起安全保护作用。瓶口的二通旋塞（F）用来调节系统的压力和放气。

压力计的作用是测定减压系统的压力。最简便的方法是使用真空表，将真空表接入减压系统，可从表盘上直接读出系统的压力。在实验室内还常使用水银压力计测定减压系统的压力。水银压力计有封口式和开口式两种。开口式压力计两根水银柱的高度差即为大气压力与蒸馏装置内的压力差。使用这种压力计计算系统压力时需要用大气压力减去两根水银柱的高度差，不够方便，但结果较为准确。封口式压力计调整后可直接读出系统压力值，使用较为方便，但不如开口式压力计准确度高。

减压系统必须保持密封不漏气，所有橡皮塞的大小和孔径要十分合适，橡皮管要使用真空用胶管，磨口玻璃塞要涂上真空油脂。

#### （4）水蒸气蒸馏装置

图 8 是实验室中水蒸气蒸馏常用的装置，包括水蒸气发生器、蒸馏部分、冷凝部分和接收器四个部分。

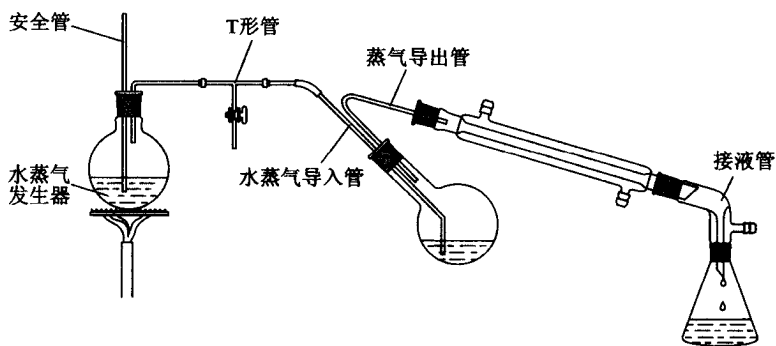


图 8 水蒸气蒸馏装置

水蒸气发生器一般是由金属制成的（如图 9 所示），也可用短颈圆底烧瓶代替。若用短颈圆底烧瓶作为水蒸气发生器，瓶口配以双孔软木塞，一孔插入长

1 m 直径约 5 mm 的玻璃管作为安全管，另一孔插入内径约 8 mm 的玻璃管作为水蒸气导出管。导出管与一个 T 形管相连，T 形管是直角三通管，在一直线上的两管口分别与水蒸气发生器 and 蒸馏装置连接，第三口向下安装。在安装时应注意使 T 形管靠近蒸馏瓶的一端稍稍向上倾斜，而靠近水蒸气发生器的一端则稍稍向下倾斜，以使水蒸气在导气管中受冷而凝成的水能流回水蒸气发生器中而不是流入蒸馏瓶中，这样可以避免蒸馏瓶中积水过多。此外应注意使水蒸气的通路尽可能短一些，即导气管及连接的橡皮管尽可能短一些，以免水蒸气在进入蒸馏瓶之前被过多地冷凝。T 形管向下的一端套有一段橡皮管，橡皮管上配以螺旋夹。打开螺旋夹即可放出在导气管中冷凝下来的积水。在蒸馏结束或需要中途停顿时打开螺旋夹可使系统内外压力平衡，以避免蒸馏瓶内的液体倒吸入水蒸气发生器中。

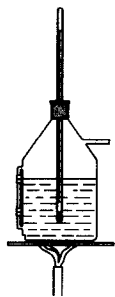


图 9 金属制的水蒸气发生器

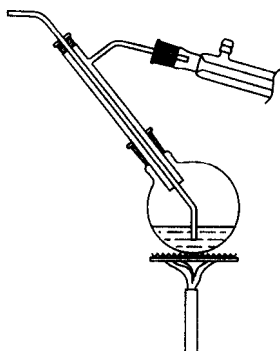


图 10 利用原反应容器进行水蒸气蒸馏的装置

蒸馏部分通常是采用长颈圆底烧瓶，被蒸馏的液体体积不能超过其容积的  $\frac{1}{3}$  斜放桌面呈  $45^\circ$ ，这样可以避免由于蒸馏时长颈圆底烧瓶内液体跳动十分剧烈而引起液体从导出管冲出。为了减少由于反复移换容器而引起的产物损失，常直接利用原来的反应容器进行水蒸气蒸馏（如图 10 所示）。

水蒸气蒸馏的操作程序为：

在选定的蒸馏烧瓶中装入待蒸馏物，装入量不得超过其容积的  $\frac{1}{3}$ ，为防止水蒸气大量冷凝，盛样蒸馏烧瓶可预先加热并控温至接近  $100^\circ\text{C}$ 。在水蒸气发生器中注入约  $\frac{1}{2}\sim\frac{2}{3}$  容积的清水，为防止暴沸可加入适量素瓷片。

按照上面装置图自下而上、从左到右依次装配各件仪器。各仪器的中轴线应在同一平面内。

打开 T 形管下口螺旋夹，点燃水蒸气发生器下部煤气灯。

当 T 形管开口处有水蒸气冲出时，开启冷却水，旋紧螺旋夹，水蒸气蒸馏

开始。

当蒸至馏出液澄清透明后再多蒸出约 10~20 mL 水，即可结束蒸馏。结束蒸馏时应先打开螺旋夹，再移开热源。稍冷后关闭冷却水，取下接收瓶，然后按照与安装时相反的次序依次拆除各种器件。

⑥ 如果被蒸出的是所需要的产物，若为固体可采用抽滤法收集，为液体的可用分液漏斗分离收集。

水蒸气蒸馏中应该注意的问题有：

要注意水蒸气发生器的液面计和安全管中的水位变化。若水蒸气发生器中的水蒸发将尽，应暂停蒸馏，取下安全管，加水后重新开始蒸馏；若安全管中水位迅速上升，说明蒸馏装置的某一部位发生了堵塞，应停止蒸馏，待疏通后重新开始。

② 需暂停蒸馏时应先打开螺旋夹，再移开热源；重新开始时应先加热水蒸气发生器至水沸腾，当 T 形管开口处有水蒸气冲出时再旋紧螺旋夹。

要控制好加热速度和冷却水流速，使蒸馏物蒸气在冷凝管中完全冷却下来。当蒸馏物为较高熔点的有机物时，常在冷凝管中析出固体。此时，应调小（或者暂时关掉）冷却水，让蒸气使固体熔化流入接收瓶中。当重新开通冷却水时，要缓慢小心，防止冷凝管因骤冷而破裂。

若蒸馏瓶中积水过多，可隔石棉网加热赶出部分水。

#### (5) 气体吸收及抽气过滤装置

气体吸收装置（如图 11 所示），用于吸收反应过程中生成的有刺激性或有毒的气体。

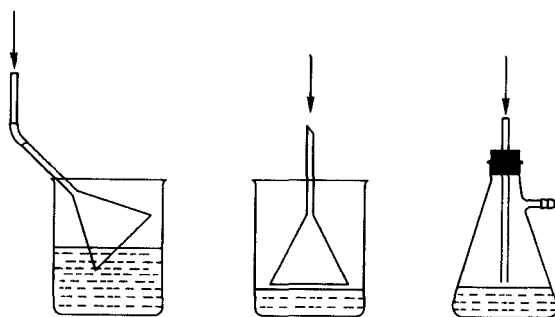


图 11 气体吸收装置

抽气过滤装置如图 12 所示。

#### (6) 加热装置

在有机化学实验中，为了提高反应速率，经常需要对反应体系进行加热，在

分离纯化等操作中也常常需要加热。玻璃仪器（除试管和测熔点用 Thiele 管外）应放在石棉网上加热；如果直接用火加热，仪器容易受热不均而破裂。如果需要控制加热的温度，增大受热面积，避免局部过热分解，最好用适当的热浴加热。

**水浴** 加热温度不超过  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，最好用水浴加热。可将烧瓶浸入水浴中，把水温控制在需要范围内。对于乙醚等低沸点的易燃溶剂，不能用明火加热，应用事先已加热好的水浴加热。

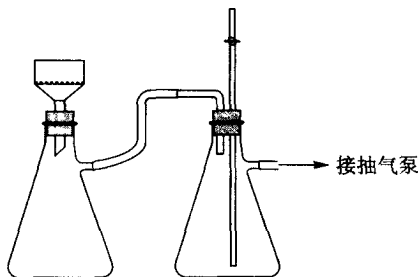


图 12 抽气过滤装置

**油浴** 加热温度在  $100\sim 250\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，可以用油浴。油浴所能达到的温度取决于所用油的种类。

甘油和邻苯二甲酸二丁酯适用于加热到  $140\sim 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，温度过高易分解。植物油可加热到  $160\sim 170\text{ }^{\circ}\text{C}$  但长期加热易分解，可在其中加入  $1\%$  对苯二酚以增加其热稳定性。液体多聚乙二醇可加热到  $180\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右，是很理想的加热溶液。加热时无蒸气逸出，遇水不会暴沸或喷溅。因多聚乙二醇溶于水，烧瓶的洗涤也很方便。液体石蜡可加热到  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右，温度再高挥发较快，会污染空气，也易燃烧。硅油可加热到  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，热稳定性较好，但价格较贵。

**砂浴** 砂浴使用方便，可加热到  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。它由铁制的容器内盛清洁干燥的细砂组成。将需要加热的容器埋入砂中，砂浴下用火加热。由于细砂传热慢，散热快，常常不易控制温度，使用较少。

### (7) 冷却装置

有机化学实验中常常需要进行冷却。冷却可以除去放热反应中放出的热，使这类反应不致因温度剧升而造成危险或产生其他副反应；也可以使重结晶后有机化合物的结晶析出更为完全；某些要在较低温度下进行的反应（如重氮化反应）则必须进行冷却。

进行冷却的最简单的办法是把容器置于冷水浴中。若所需冷却的温度在室温以下  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  以上，常用冰-水混合物，因水可对流，与器壁接触好，冷却效果比单独用冰好。

若需冷却到  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  以下，可采用下列方法：

**冰-食盐混合物** 冷却用 1 份食盐和 3 份碎冰均匀混合，在实际操作中可冷却至  $-5\sim -15\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右。

**冰-六水合氯化钙混合物** 冷却用 5 份六水合氯化钙和 4 份碎冰均匀混合，可冷却至  $-20\sim -35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

干冰—丙酮冷却 将干冰溶于丙酮中，最冷可达  $-70$  左右。

液氮冷却 可冷却至  $-188$   $^{\circ}\text{C}$ 。

在使用温度低于  $-38$   $^{\circ}\text{C}$  的冷浴时，不能用水银温度计，需用乙醇、正戊烷等制成的低温温度计。

以上介绍了部分有机化学实验常用的实验装置，还有一些实验装置将在相关实验中介绍。

### 3. 仪器的选择

有机化学实验装置是由多个玻璃仪器和配件组成。因此，考虑选用某一装置时，首先应根据实验的要求选择合适的仪器。

(1) 烧瓶的选择 根据液体的体积而定，一般液体的体积应占容器容积的  $1/3\sim 2/3$ ，也就是说烧瓶容积的大小应是液体体积的  $1.5\sim 3$  倍。进行水蒸气蒸馏和减压蒸馏时，液体体积不应超过烧瓶容积的  $1/3$ 。

(2) 冷凝管的选择 一般情况下回流用球形冷凝管，蒸馏用直形冷凝管。但是当蒸馏温度超过  $140$   $^{\circ}\text{C}$  时应改用空气冷凝管，以防温差较大时，由于仪器受热不均匀而造成冷凝管破裂。

(3) 温度计的选择 实验室一般备有  $150$   $^{\circ}\text{C}$  和  $300$   $^{\circ}\text{C}$  两种温度计，根据所测温度可选用不同量程的温度计。一般来说，选用的温度计的量程要高于被测温度  $10\sim 20$   $^{\circ}\text{C}$ 。

### 4. 常用的其他仪器设备

#### (1) 烘箱

实验室一般使用的是恒温鼓风烘箱。主要是用来干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性比较好的实验药品。使用时应注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器应先沥干再放入烘箱，温度一般控制在  $100\sim 110$   $^{\circ}\text{C}$  之间。干、湿玻璃仪器要分开放置。

#### (2) 磁力搅拌器

磁力搅拌器是通过磁场的不断旋转变带来带动容器内磁搅拌子随之旋转，从而达到搅拌的目的，一般都有控制转速和加热装置，可以调速调温，也可以按照设定的温度维持恒温。在物料较少，不需要太高温度的情况下，磁力搅拌可代替其他方式的搅拌，且易于密封，使用方便。

#### (3) 电加热套

电加热套是用玻璃纤维包裹着电热丝来织成帽状的一种加热器（如图 13 所示）。加热和蒸馏易燃有机物时，由于它不是明火，因而电加热套具有不易引起着火优点，热效率也高。加热温度用调压变压器控制，

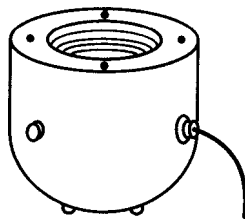


图 13 电加热套