

# 有机化学实验

周建峰 主编

华东理工大学出版社

## 内 容 提 要

本书共分六章:第一章为有机实验室安全;第二章为有机实验室常用仪器设备与使用;第三章为有机实验的基本操作和技术;第四章为有机化合物的光谱分析简介;第五章为有机化合物的定性分析;第六章为有机化合物的制备。

全书共编入 70 个实验,反应类型多,内容新。

本书可用作师范院校、工科院校的化学、应用化学专业的教材,也可供大学专科学校和其他相关专业选作教材和参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/周建峰主编. —上海:华东理工大学出版社,2002.12

ISBN 7-5628-1338-8

.有... 周... 有机化学-化学实验-高等学校-教材 .062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2002)第 085568 号

### 有机化学实验

周建峰 主编

|    |                        |    |                  |
|----|------------------------|----|------------------|
| 出版 | 华东理工大学出版社              | 开本 | 787×1092 1/16    |
| 社址 | 上海市梅陇路 130 号           | 印张 | 10.75            |
| 邮编 | 200237 电话(021)64250306 | 字数 | 279 千字           |
| 网址 | www.hdlgpress.com.cn   | 版次 | 2002 年 12 月第 1 版 |
| 经销 | 新华书店上海发行所              | 印次 | 2003 年 1 月第 1 次  |
| 印刷 | 常熟市华通印刷有限公司印刷          | 印数 | 1-2050 册         |

ISBN 7-5628-1338-8/O·72

定价:18.00 元

# 前 言

本书是根据江苏省教育厅“省级教学实验中心”基金资助项目的要求,在经多年试用的原《有机化学实验》(讲义)的基础上重新编写而成的。

本书共分六章:(一)有机实验室的安全;(二)有机实验室常用仪器设备与使用;(三)有机实验的基本操作和技术;(四)有机化合物的光谱分析简介;(五)有机化合物的定性分析;(六)有机化合物的制备;最后为附录。

本书具有以下五个特点:

(1) 注重有机化学实验安全知识和实验基本技术的介绍,内容详细,深入浅出,易于掌握。

(2) 将有机化合物的性质内容改为衍生物的制备,以克服过去那种性质实验中“照方抓药”的做法。

(3) 由于波谱技术已成为鉴定有机化合物的主要手段,本书简要介绍了红外光谱、核磁共振谱、紫外光谱和质谱的基本知识和应用。

(4) 制备实验中选编的实验注重新反应、新技术的应用,除了一些典型的反应外,还安排了烯胺的合成应用、Wittig 反应、重排反应、光化学反应、相转移催化反应和微波合成等。在制备实验内容的安排上,既有独立性又相互关联。对于多步骤制备实验,则靠近安排,如实验三十与三十一、实验三十六与三十七、实验四十四与四十五、实验四十九与五十、实验五十一与六十等。这样可以更好地培养学生认真实验的态度。如果前一个实验结果不理想,就会直接影响到后一个实验的进行,从而得到从事全合成工作的初级训练。在制备实验内容的选择上,还注意到产物的应用价值,比较典型的如: - 萘乙醚的制备、乙酸异戊酯的制备、香豆素的制备、己二酸的制备、3-硝基-1-苯乙醇的制备、二茂铁的制备、8-羟基喹啉的制备、2,4,5-三苯咪唑的制备和黄烷酮的制备等。

(5) 在附录中,还编排了一些常用的有机化学文献以及与之有关的网址,以达到使学生能利用这些文献和网址而直接获取有机化学信息的目的。

本书由周建峰提出编写指导思想,并制定出编写大纲,经有机化学教研室集体讨论后分工编写。支三军编写第一、二、三章;朱惠琴编写第四章;朱凤霞编写第五章第一、二节;韦长梅编写第五章第三节;周建峰编写第六章和附录。全书由周建峰修改定稿。陈田田参加了编写大纲的讨论和有关部分工作。

书稿完成后,华东理工大学荣国斌教授仔细审阅了全书并提出了宝贵的意见和建议。院、系领导和华东理工大学出版社对本书的出版也给予了大力的鼓励和支持。在此,编者一并向他们表示衷心的感谢。

本书在编写过程中,还吸收了兄弟院校有机化学实验教材的内容和编写经验,谨表谢意。

限于编者水平有限,本书疏漏和错误之处在所难免,请读者批评指正。

编 者

2002年7月于淮阴师范学院

# 目 录

|                          |    |
|--------------------------|----|
| 第一章 有机实验室的安全 .....       | 1  |
| 1.1 实验室安全守则 .....        | 1  |
| 1.2 实验室安全事项 .....        | 1  |
| 1.3 化学药品的危险性 .....       | 2  |
| 1.4 危险废弃物的处理 .....       | 4  |
| 1.5 实验室常见事故的处理 .....     | 5  |
| 第二章 有机实验室常用仪器设备与使用 ..... | 7  |
| 2.1 玻璃仪器 .....           | 7  |
| 2.2 五金工具 .....           | 12 |
| 2.3 加热设备 .....           | 13 |
| 2.4 搅拌器 .....            | 14 |
| 2.5 真空泵 .....            | 15 |
| 2.6 气压计 .....            | 16 |
| 2.7 旋转蒸发仪 .....          | 16 |
| 2.8 催化氢化装置 .....         | 17 |
| 2.9 微波辐射与微波炉 .....       | 18 |
| 2.10 压缩气体钢瓶 .....        | 21 |
| 第三章 有机实验的基本操作和技术 .....   | 23 |
| 3.1 药品处理 .....           | 23 |
| 3.2 有机反应 .....           | 25 |
| 3.3 有机化合物的纯化 .....       | 37 |
| 第四章 有机化合物的光谱分析简介 .....   | 57 |
| 4.1 红外光谱 .....           | 57 |
| 4.2 核磁共振谱 .....          | 68 |
| 4.3 紫外光谱 .....           | 74 |
| 4.4 质谱 .....             | 77 |
| 第五章 有机化合物的定性分析 .....     | 80 |
| 5.1 有机物物理常数的测定 .....     | 80 |
| 5.2 用化学方法测定结构的一般步骤 ..... | 89 |
| 5.3 衍生物的制备 .....         | 93 |

|      |                            |     |
|------|----------------------------|-----|
| 第六章  | 有机化合物的制备 .....             | 104 |
| 6.1  | 消除反应 .....                 | 104 |
| 6.2  | 加成反应(卡宾反应) .....           | 104 |
| 6.3  | 卤代反应 .....                 | 106 |
| 6.4  | Friedel-Crafts 酰基化反应 ..... | 107 |
| 6.5  | 有机光化学反应 .....              | 108 |
| 6.6  | Williamson 醚合成法 .....      | 109 |
| 6.7  | 酯化反应 .....                 | 109 |
| 6.8  | Perkin 反应 .....            | 110 |
| 6.9  | Knoevenagel 反应.....        | 111 |
| 6.10 | Claisen-Schmidt 反应.....    | 112 |
| 6.11 | 烯胺的合成应用 .....              | 113 |
| 6.12 | Wittig 反应 .....            | 114 |
| 6.13 | Hofmann 重排反应 .....         | 115 |
| 6.14 | Beckmann 重排反应 .....        | 115 |
| 6.15 | 安息香缩合反应 .....              | 116 |
| 6.16 | 氧化反应 .....                 | 117 |
| 6.17 | 还原反应 .....                 | 118 |
| 6.18 | 乙酰乙酸乙酯及其合成应用 .....         | 119 |
| 6.19 | Cannizzaro 反应 .....        | 121 |
| 6.20 | Diels-Alder 反应 .....       | 122 |
| 6.21 | 金属有机化合物 .....              | 123 |
| 6.22 | 重氮盐及偶联反应 .....             | 126 |
| 6.23 | 微波有机合成 .....               | 127 |
| 6.24 | 杂环化合物 .....                | 128 |
| 6.25 | 外消旋体的拆分 .....              | 129 |
| 6.26 | 高分子化合物 .....               | 131 |
| 6.27 | 天然产物的合成、分离与提纯 .....        | 132 |
| 附录一  | 一些常用化学物质的毒性和易燃性 .....      | 135 |
| 附录二  | 常用有机溶剂和试剂的纯化 .....         | 138 |
| 附录三  | 常用试剂(液)的配制 .....           | 145 |
| 附录四  | 光谱数据相关表 .....              | 147 |
| 附录五  | 有机化学文献和手册中常见词的英文缩写 .....   | 157 |
| 附录六  | 一些常用的与有机化学有关的网址 .....      | 162 |
| 参考文献 | .....                      | 163 |

# 第一章 有机实验室的安全

有机实验室中有不少易燃易爆或有毒有害的药品,因此,这是一个有潜在危险的工作环境。所以,在进入实验室之前,每个人都必须要学习和熟悉有机化学实验室的安全守则和规章制度。这些规章制度都是通俗易懂的,只要在实验工作中认真遵守执行,我们完全可以避免危险和伤害,安全地得到科学的训练,掌握从事有机化学实验所需的技能,享受从实验成果中产生的乐趣。

## 1.1 实验室安全守则

对于实验室的安全守则可以简单地用两个词来描述:一定、禁止。即:

### 一定

一定要熟悉实验室的安全程序  
必要时一定要戴上防护眼镜  
一定要穿着合理(穿工作服)  
离开实验室之前一定要洗手  
在实验开始之前一定要认真阅读实验内容  
一定要检查仪器是否安装正确  
对待所有的药品一定要小心、仔细  
一定要保持自己的工作环境清洁  
一定要注意观察实验现象  
遇到疑问一定要问指导老师

### 禁止

实验室里禁止吃东西或喝水  
实验室里禁止抽烟  
禁止吸入、品尝药品  
禁止妨碍或分散别人注意力  
禁止在实验室里奔跑或大声喧哗  
禁止独自一个人在实验室做实验  
禁止做一些未经批准的实验

## 1.2 实验室安全事项

进入实验室一定要知道灭火器、灭火沙、灭火毯、安全淋浴等的确切位置。一定要知道灭火器的型号,如何使用,特别是如何取下安全栓。

### 眼睛的保护

在实验室里要尽可能地戴上护眼罩。因为碎玻璃或药品很可能会对眼睛造成永久的伤害。如果你有很多实验室工作要做,买一副安全的眼镜是很值得的。或者在普通的眼镜外面再戴上护眼罩或护目镜,在实验室里禁止戴隐形眼镜。如果眼睛里溅上药品,一定要采取紧急处理。

### 穿着、服装

在实验室里不适宜穿太好的衣服,无论怎样仔细,都不可避免会有一些有机药品或酸液等溅到衣服上。在实验室里应穿工作服。另外,也不要穿拖鞋、凉鞋。

## 仪器和设备

一般情况下,若不知道某个仪器或设备的功能,不要试图使用它们。像真空吸收泵、旋转蒸发仪、气体钢瓶等,一旦错用都可能导致昂贵的仪器受到损坏,或者使实验失败,更严重的会导致一些事故的发生。

在安装实验仪器之前,要检查玻璃磨口是否沾有碎片或碎渣。在加药品反应之前,一定要检查所用仪器是否都夹紧、固定和安装好。

## 药品的处理

化学药品因其有毒性、腐蚀性、易燃易爆而十分危险。在下一节将讲述如何使用特别危险的药品,但所有的药品都应当小心谨慎地处理。在有机化学实验室里最危险的是火,许多有机化合物在遇到明火时就会燃烧,特别像酒精、乙醚等低沸点溶剂。一个严重的溶剂火灾会在几秒钟内使实验室的温度升高到 100 以上。在有机化学实验室里有条件的最好是不使用明火。要加热反应混合物或溶剂,最好是使用水浴、油浴、电炉或电热套等。有许多实验室现在仍然用酒精灯加热,因此在操作时一定要防止火灾的发生。在点燃酒精灯之前,一定要检查周围有没有易燃的液体敞口放置。同样,在转移、倾倒易燃液体时,也要检查周围有没有明火。有机溶剂的蒸气压一般比空气大,因此千万不要随意将液体,特别是易燃溶剂倒入下水道或排水沟。

为防止吸入有机化合物的蒸气,实验室里应该备有可靠的通风设备。在使用一些特别有毒的药品时,或一些易放出挥发性气体或毒性蒸气的反应,最好在通风橱内完成。

时时都应该避免药品与皮肤接触,一些腐蚀性的酸液和药品很容易通过皮肤进入体内。在进行实验室常规性工作时,最好戴上橡胶塑料手套,可以减少药品与皮肤接触的危险。当使用一些腐蚀性或有毒性的药品时,一定要戴上厚一点的橡胶塑料手套。

## 散洒物

所有化学药品的散洒物都应被立即清除干净。在处理这些东西时一定要戴上手套。固体可以很容易抹进垃圾箱或废物缸,液体往往难以处理。酸性液滴一定要用固体碳酸钠或碳酸氢钠中和,碱性液滴一定要用硫酸氢钠中和,中性液滴可以用土或滤纸吸附,因为滤纸并不能吸附所有的液体,因此建议使用沙土吸附。如果洒出的液体很容易挥发,常常是熄灭明火,把周围的东西清理一下,让液体自然挥发。

## 1.3 化学药品的危险性

在实验室里,做任何一个实验之前,都应当阅读实验指导内容。一些药品的性质可用这些简单的词来提醒:易燃、易爆、强氧化性、腐蚀性、毒性、致癌物质,有的药品可能会有几种



图 1.1 实验室常见危险性标志

危险性。这些提醒语和试剂瓶外包装上的提醒是相似的,它们都用一些特别的标志来表示,这些标志都是被统一规定、国际通用的。图 1.1 是一些常见的危险性标志。

### 易燃试剂

在处理易燃试剂时,都应严格检查在附近有无明火。在有机化学实验室,有机溶剂通常是由一些易燃的液体组成。下列常用的有机溶剂都具有很大的易燃性:

碳氢化合物如己烷、轻石油(即石油醚)、苯、甲苯;醇类如甲醇、乙醇;酯类如乙酸乙酯;酮类如丙酮;醚类化合物因其长时间暴露在空气或见光会产生易爆炸的过氧化物,因此使用时要特别注意。常用的乙醚和四氢呋喃就属于醚类,处理时要特别小心。

此外,乙醚还具有相当低的沸点和一定程度的麻醉作用,二硫化碳具有很高的易燃性,甚至有时用水浴加热都会导致它着火,因此在实验中应尽量避免使用。

像氢气这样的气体和镁条这样的金属都是容易点燃的。金属钠、氢化铝锂这些药品都属于易燃的危险品,因为它们都会和水剧烈反应并放出氢气。

### 易爆试剂

一些药品能与水或其他物质发生爆炸性的反应,因而具有爆炸性的危险。碱金属就是一个普通的例子,金属钠和水剧烈反应,金属钾与水发生爆炸性的反应。

也有一些化合物具有爆炸的危险性是和它们自身的结构有关的。通常这些分子中含有许多的氧原子或氮原子,因而能够发生分子内氧化还原反应,或产生像氮气这样稳定的分子。在干燥的状态下,这些化合物对撞击震动较敏感,具有爆炸性的危险。例如:多硝基化合物、苦味酸、炔银等炔金属、叠氮化合物、重氮化合物、过氧化物、过氯酸盐等。本书所选的实验都尽量避免使用这些爆炸物。

### 氧化剂

在有机化学实验室里,漂白粉、过氧化氢、过酸、二氧化钴和高锰酸钾等都是很强的氧化剂。氧化剂与纸张等易燃物质接触易使其着火,因此也是相当危险的。

硫酸、硝酸既有很强的腐蚀性,也有很强的氧化性。

### 腐蚀性药品

处理或使用腐蚀性试剂时一定要戴上防护手套。一旦溅到皮肤上,应立即用大量的水冲洗干净。无机酸当中的硫酸、盐酸、氢溴酸、磷酸和硝酸,有机酸中的羧酸、磺酸都是具有腐蚀性的。苯酚也是相当危险的,能导致皮肤灼伤,它的有毒蒸气能够被皮肤吸收。无机碱中的氢氧化钠、氢氧化钾这样的强碱,硫酸钠、硫酸钾这样的弱碱都具有腐蚀性,有机碱中的胺、羟胺、吡啶等也都具有腐蚀性。

液溴是非常危险的药品,它能导致皮肤、眼睛的灼伤,因此一定要在通风橱里使用。此外,由于它的密度较大,当用滴管转移时,即使不挤乳胶头,都可能因其重力而滴下来,因此,使用时要特别小心。

氯化亚砷、酰氯、无水三氯化铝以及其他的一些试剂,因能与水反应放出氯化氢气体,也具有腐蚀性,并会对呼吸系统产生严重的刺激。

### 有害和有毒试剂

有害和有毒的区别仅仅是程度而已,大多数有机化合物都可说是有害的,有些是相当有害的,因此也就被认为是有毒的药品。通常所见的化合物有很多有毒性,因此必须在通风橱里使用,例如,苯、溴、硫酸二甲脂、氯仿、己烷、碘甲烷、汞盐、甲醇、硝基苯、苯酚、氰化钾、氰

化钠等。必须清楚急性中毒与慢性中毒的区别。急性中毒一般会很快就被察觉,例如受浓氨水刺激而感到窒息,就需迅速采取相应的措施。而慢性中毒,一般不易察觉,是因为长时间处于某种环境中而导致对身体的长期伤害的积累,许多物质因此被称为致癌物质。我们不能因此而否定它们在有机化学实验室的使用,但的确需要格外小心。尽量避免长期接触,且一定要在通风橱里使用。

当使用通风橱时,尽量将通风橱前面的活动玻璃拉得低一些,这样便会有强劲的气流带走有毒的蒸汽或烟雾。总之,如果实验中确实需要一些剧毒药品,一定要事先认真阅读并理解指导老师的讲解以及实验室安全知识,并要知道,一旦发生危险,应该如何处置。

#### 致癌物质

大家都知道健康体细胞长期受一定的药品作用会产生肿瘤。然而,从受药品作用到在人体中产生肿瘤这可能需要几年、几十年的时间,因此它们危害并不是立即发生的。在处理这类药品时,要格外仔细,小心。

下列化合物或衍生物应被认为是致癌物质:碘甲烷、过氧化物、硫酸二甲酯、甲醛、己烷、苯、芳香胺、苯肼、多环芳烃(蒽、菲等)、硝基化合物、偶氮化合物、重铬酸盐、硫脲、盐酸氨基脲、氯乙烯、以及多卤代烃如四氯化碳、氯仿等。

#### 刺激性和催泪试剂

许多有机化合物对眼睛、皮肤和呼吸道有相当的刺激性。应当尽量避免与这些试剂或其蒸汽接触。下列物质应在通风橱中使用:芳香醛和脂肪族醛, -卤代羰基化合物,异硫氰酸酯,氯化亚砷以及羧酸的酰氯。

许多有机化合物,除了具有刺激性,还具有相当强的味道或不愉快的气味,通常是具有恶臭味。例如:吡啶、苯乙酸、硫酸二甲酯、正丁酸和碘以及许多含硫化合物。这些化合物都应在通风橱中使用。

## 1.4 危险废弃物的处理

在现代社会,危险废弃物的处理不仅仅是个环境问题,也是个道德问题。实验室在这方面应担负一定的重要责任。在实验室里工作的人都应该关心这个问题,并应对环境保护尽自己的职责,不应当对实验室的废弃物采取无所谓的态度。一般实验室都有明文规定处理化学药品废弃物的具体程序和步骤,必须严格遵守这些规定。

#### 固体废弃物

有机化学实验室里的固体废弃物常分为:干燥的固体试剂、色谱分离用的吸附剂、用过的滤纸片、测定熔点的废玻璃管和一些碎玻璃等等。除非这些固体是有毒性的或极易回收的,一般都是放入指定的盛放没有危险的废弃物的容器里。毒性废弃物应放入有特别标志的容器里。一些特殊的有毒化学试剂在丢弃前应当经过适当处理以减小其毒性。

#### 水溶性废弃物

一般人都会将实验室的水溶性废弃物直接倒入下水道,这是很不道德的行为。只有那些无毒的、中性的、无味道的一些水溶性物质可以直接倒入水槽流入下水道。强酸性或强碱性物质在丢弃之前应被中和,并且用大量水冲洗干净。任何能够与稀酸或稀碱反应的物质,都不能随便倒入下水道。

## 有机溶剂

在有机化学实验室,有机溶剂的处理一直是一个主要的问题。它们通常是不溶于水的,有很高的易燃性。废弃的有机溶剂不能倒入下水道,应倒入贴有合适标签的容器,然后将这些容器运出实验室,在合适的地方将这些溶剂点燃。

## 1.5 实验室常见事故的处理

在实验室里,一旦发生事故,一定要知道怎么做,这一点很重要。无论发生什么事故,一定要反应果断,并立即告诉实验指导老师。如果自己不能离开或者正处理事故,也要让其他人报告实验指导老师,然后再由指导老师组织安排必要的措施。

### 火灾

实验室里一旦出现火灾,不要惊慌,当迅速处理,大声告诉同伴并赶紧离开实验室。如果听到有人喊“失火了”,不要问怎么回事,赶紧离开实验室。

### 药品燃烧

在实验里,最容易着火的就是有机溶剂。如果仅仅在一些像烧杯这样的小容器里着火,通常用一块大一点的湿抹布或大一点的烧杯盖在上面即可熄灭火焰。沙子也可用来扑灭一些小的火焰,实验室里常用消防桶装上沙子以防万一。在灭火的同时要移走所有易燃的化学药品,熄灭所有的酒精灯。因为大多数有机溶剂都比水轻,所以一旦溶剂着火千万不要用水去灭火,此时不但不能灭火,反会增大火势。对于一些大的火灾,则需要使用灭火器,实验室里通常使用的是干粉灭火器。灭火器最好由实验指导老师或有经验的人使用,使用不正确会扩大火情而延误灭火。如果发现用灭火器也不能很快扑灭火灾,就应迅速拨打火警电话,请来消防人员,并通知有关人员迅速撤离现场。

### 衣服着火

一旦衣服着火,赶紧大喊救火,躺在地上来回滚动熄灭火焰。

衣服着火时千万不要奔跑,跑起来的风会使身上的火苗进一步扩大。把着火的人包在灭火毯里,让他在地板上来回滚动。如果手里没有毯子,用抹布或用毛巾沾上水,洒到着火者的身上。不到万不得已千万不要用灭火器直接喷到人身上灭火。一旦火被扑灭了,尽量让病人躺下、保暖,送医院作进一步治疗。除非是因为呼吸困难,否则决不能随便解开或脱下被火烧伤人的衣服。

### 受伤

在有机化学实验室里,被热的烧瓶、烧杯等稍稍烫伤,是相当常见的事。对待这些轻微的烫伤,通常是将烫伤部位在冷水中浸 10 到 15 分钟。而对于一些更加严重的烫伤,则需要到医院治疗。

任何药品洒到皮肤上都需要用大量的水冲洗干净,被感染的部位至少要冲洗 15 分钟。如果自己或别人的身体的大部分被洒上药品,立即使用安全淋浴,脱下被弄脏的衣服,充分冲洗皮肤,必要时到医院接受医治。

### 药品洒到眼睛里

一旦药品弄到自己的眼睛里,一定要抓紧时间。将药品冲洗干净越是快,对眼睛的伤害越是小。通常在眼睛冲洗干净后,立即到医院接受治疗。

## 割伤

在实验室工作时,被碎玻璃割伤也是很常见的事。伤口需要用清水冲洗至少 10 分钟,以便将残留的化学药品和一些碎的玻璃渣冲洗干净。伤口需要用创可贴或胶布裹好,使其迅速止血,然后立即到医院接受医治。

当严重受伤时,血液会从伤口涌出,相当危险。受伤者需躺下,保持安静和温暖,将受伤部位略抬高,用一垫子稍用力压住伤口,千万不要用止血带来止血,同时迅速拨打急救电话,让医生和救护车迅速赶来救护。

## 中毒

对于中毒没有很简单的方法可以采用,只有立即到医院接受医生治疗。

本书附录 1 较为详尽地谈及到了有机化学实验室常见药品的危险性和安全性问题。此外,还有许多有关实验室安全的书籍,都介绍了实验室安全、危险药品的性质及其处理。如果有疑问,可进一步向专业人士请教。

## 第二章 有机实验室常用仪器设备与使用

一般来说,有机实验室里常用的玻璃仪器和设备,可分为公共和个人使用两大类。若进一步划分,又可分为玻璃仪器和非玻璃仪器。玻璃仪器容易打碎,一般都由个人使用,公用的玻璃仪器,如旋转蒸发仪等,都是比较笨重和结实的。无论从经济角度还是从方便使用角度看,都应注意不要损坏仪器和设备。进入实验室的第一件事就是必须注意实验室安全事项,知道灭火器的位置以及如何灭火等。第二件事就是检查仪器和装置是否完好,包括自己抽屉或柜子里的仪器和一些公用的仪器。有不明白之处时,要向有经验的实验指导老师或实验室工作人员请教。

### 2.1 玻璃仪器

有机化学实验室玻璃仪器可分为普通玻璃仪器和磨口玻璃仪器。

图 2.1 是有机化学实验室常用的普通玻璃仪器图。在无机化学实验中用过的烧杯、试管均从略。图 2.2 是有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器。

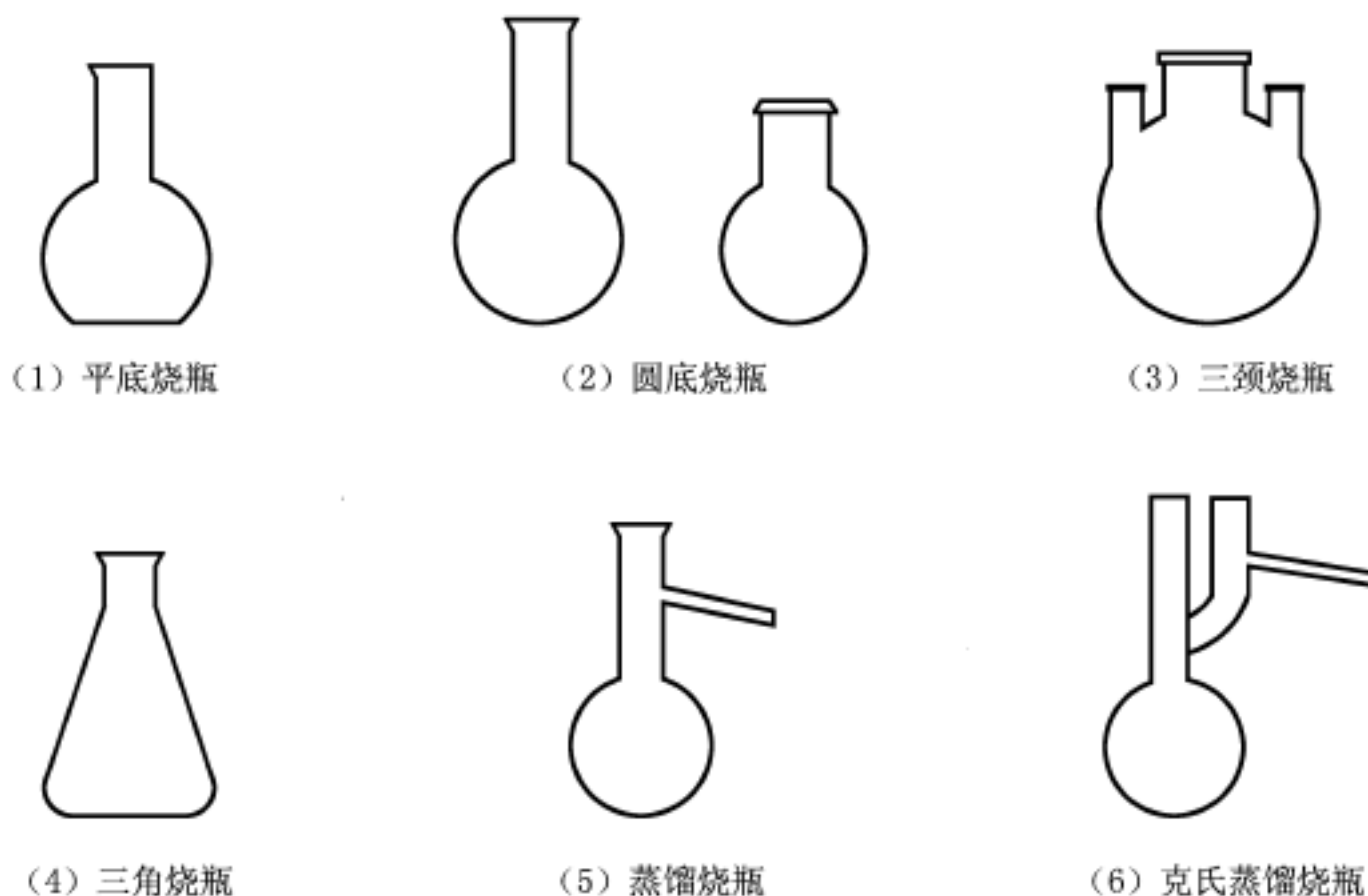
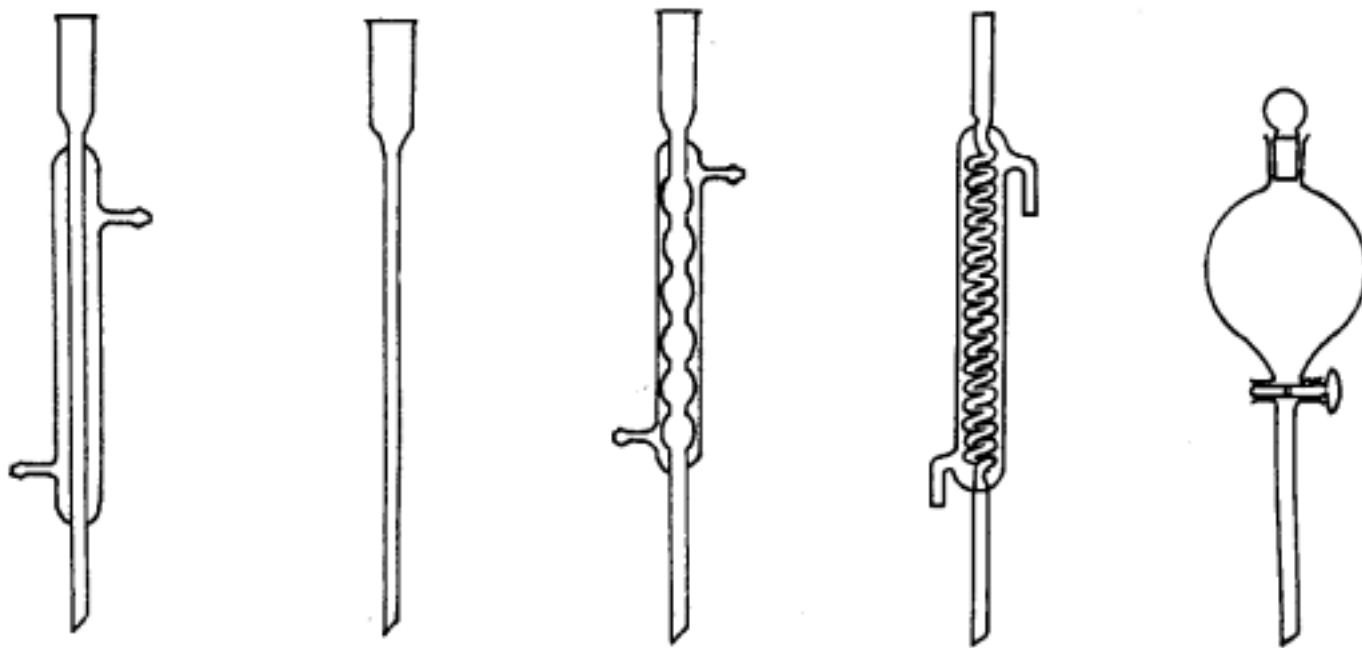
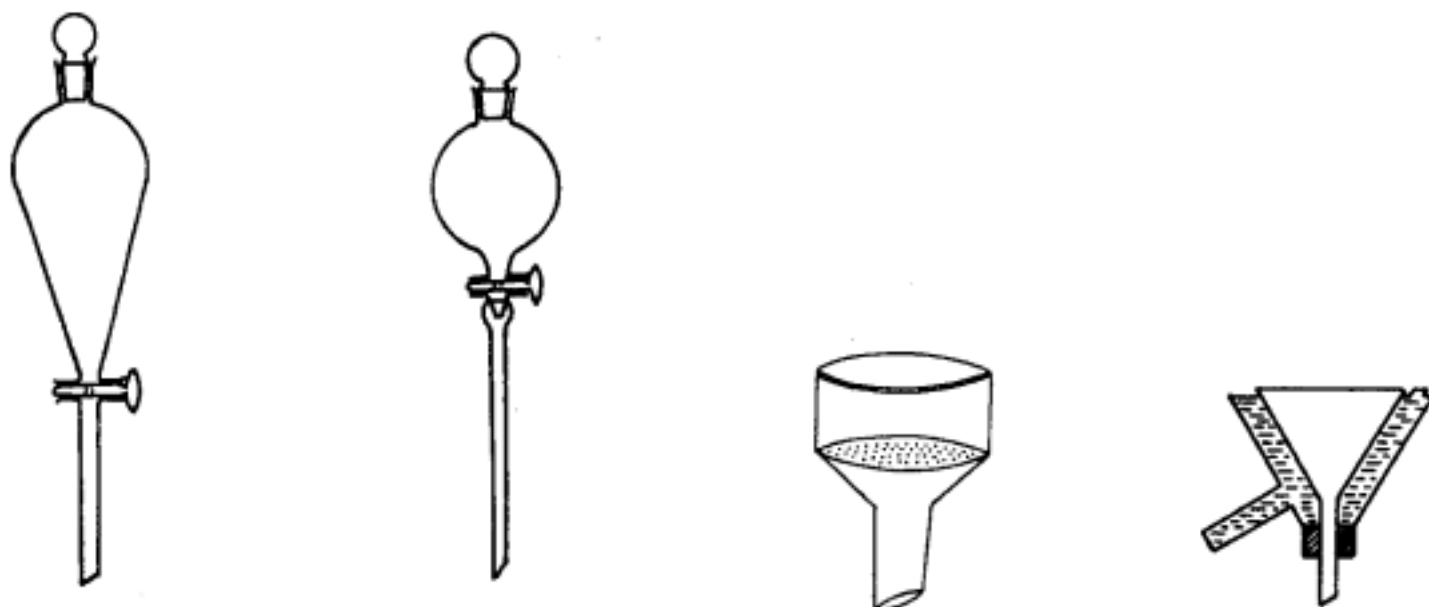


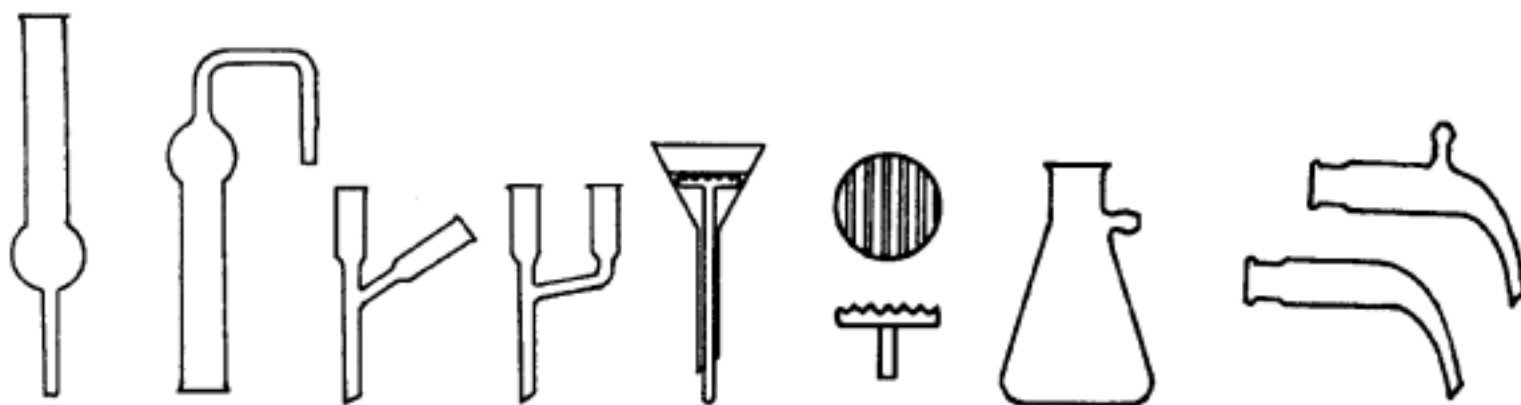
图 2.1 有机化学实验常用普通玻璃仪器



(7) 直形冷凝管 (8) 空气冷凝管 (9) 球形冷凝管 (10) 蛇形冷凝管 (11) 球形分液漏斗



(12) 锥形分液漏斗 (13) 滴液漏斗 (14) 布氏漏斗 (15) 热水漏斗



(16) 干燥管 (17) 二通管 (18) 玻璃钉漏斗 (19) 抽滤瓶 (20) 接引管

续图 2.1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

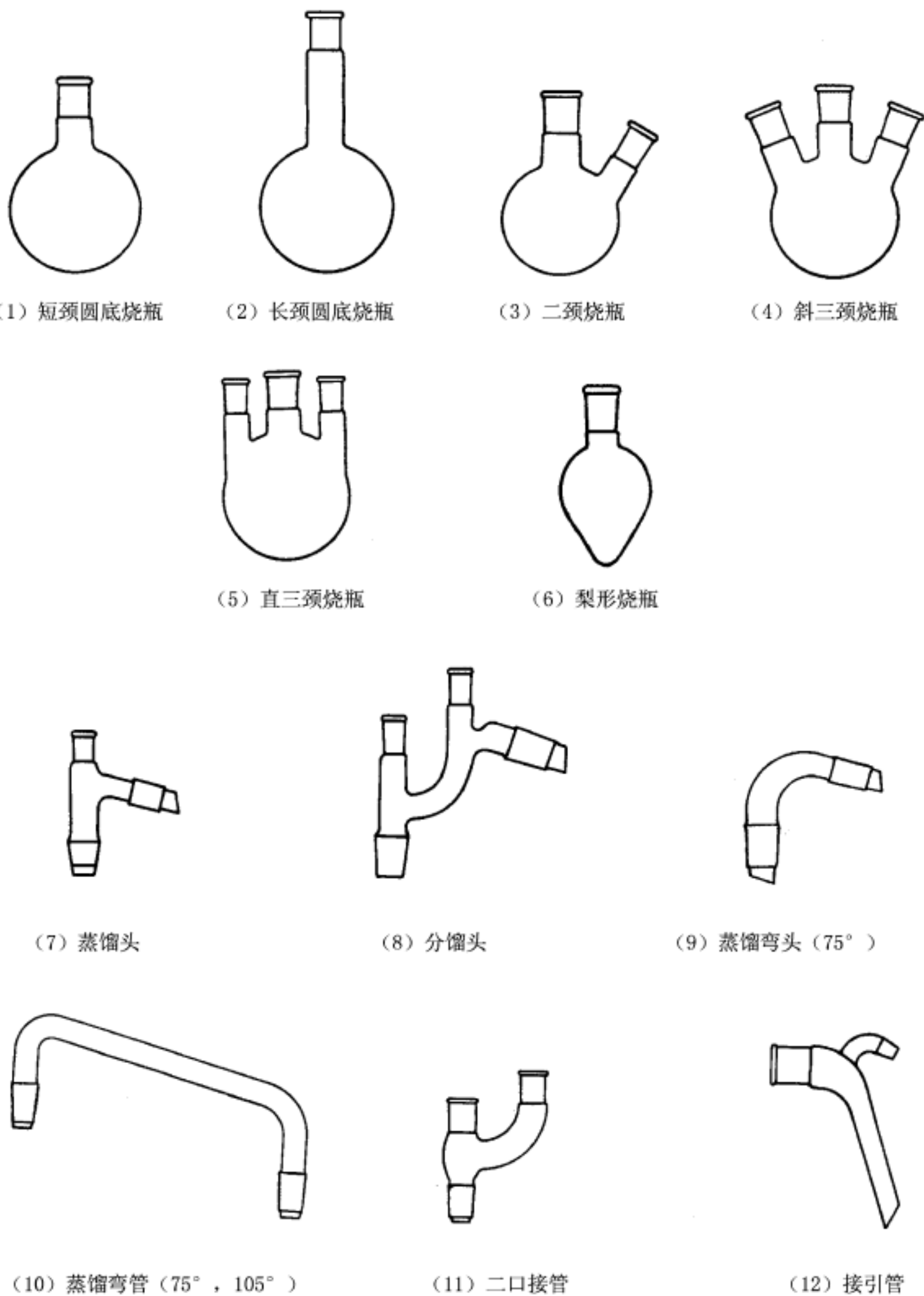
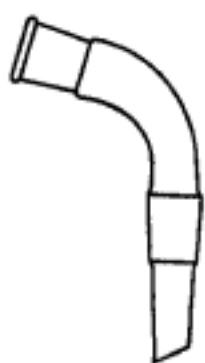
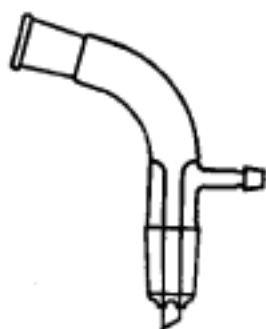


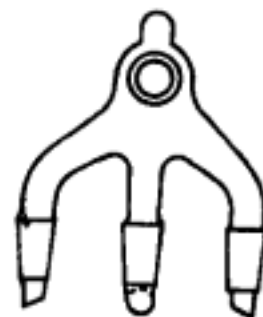
图 2.2 有机化学实验常用的标准接口玻璃仪器



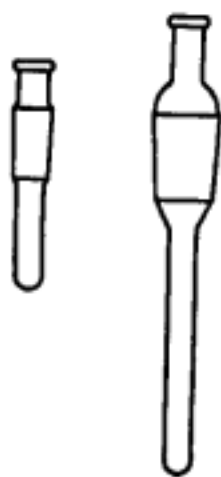
(13) 弯形接引管 (105°)



(14) 真空接引管



(15) 三叉燕尾管



(16) 温度计套管



(17) 搅拌器套管



(18) 螺口接头



(19) 弯形干燥管



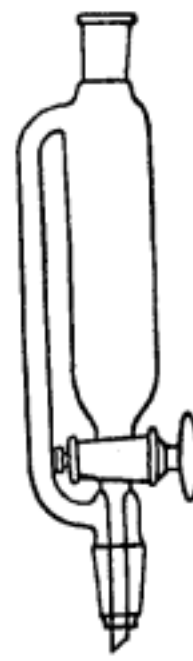
(20) 标准接头 (A型)



(21) 空气冷凝管



(22) 直形冷凝管



(23) 恒压 (滴液) 漏斗

标准接口玻璃仪器是具有标准化磨口或磨塞的玻璃仪器,由同种玻璃制成的。它们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。由于仪器口塞尺寸标准化、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。使用标准接口玻璃仪器,既可免去配塞子的麻烦手续,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,使密合性可达较高真空度,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。

标准接口仪器的每个部件在其口塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志,表明规格。常用的有 10, 12, 14, 16, 19, 24, 29, 34, 40 等。

下面是标准接口玻璃仪器的编号与大端直径:

|          |    |      |      |    |      |    |      |      |    |
|----------|----|------|------|----|------|----|------|------|----|
| 编 号      | 10 | 12   | 14   | 16 | 19   | 24 | 29   | 34   | 40 |
| 大端直径/ mm | 10 | 12.5 | 14.5 | 16 | 18.8 | 24 | 29.2 | 34.5 | 40 |

有的标准接口玻璃仪器有两个数字,如 10/ 30, 10 表示磨口大端的直径为 10mm, 30 表示磨口的高度为 30mm。

使用标准接口玻璃仪器应注意以下几点:

- 1) 磨口塞应经常保持清洁,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。但不能装得太紧,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。

### 玻璃器皿的洗涤

进行化学实验必须使用清洁的玻璃仪器。应该养成立即洗涤实验用过的玻璃器皿的习惯。由于污垢的性质在当时是清楚的,用适当的方法进行洗涤容易办到,若日子久了,将会增加洗涤的困难。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗,刷子是特制的,如瓶刷、烧杯刷、冷凝管刷等,但用腐蚀性洗液时则不用刷子。若难于洗净时,则可根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗净,如果是酸性的污垢用碱性洗液洗净,反之亦然;有机污垢用碱性或有机溶剂洗涤。下面介绍几种常用洗液。

#### (1) 铬酸洗液

这种洗液氧化性很强,对有机污垢破坏力很强。倾去器皿内的水,慢慢倒入洗液,转动器皿,使洗液充分浸润不干净的器壁,数分钟后把洗液倒回洗液瓶中,用自来水冲洗器皿。若器壁上粘有少量炭化残渣,可加入少量洗液,浸泡一段时间后在小火上加热,直至冒出气泡,炭化残渣可被除去。当洗液颜色变绿,表示已经失效,不能再倒回洗液瓶中而应倒入指定的容器中。

### (2) 盐酸

浓盐酸可洗去附着在器壁上的二氧化锰、碳酸盐等污垢。

### (3) 碱性和合成洗涤剂

配成浓溶液即可,用以洗涤油脂等一些有机物。

### (4) 有机溶剂洗涤剂

如用上述方法不能洗去胶状或焦油状的有机污垢时,可选用丙酮、乙醚、苯等有机溶剂浸泡,同时应加盖以避免溶剂挥发或者用 NaOH 的乙醇溶液洗涤亦可。用有机溶剂作洗涤剂时,使用后可回收重复利用。若用于精制或有机分析的器皿,除用上述方法处理外,最后还必须用去离子水冲洗。

器皿是否清洁的标志是:加水倒置,水顺着器壁流下,内壁被均匀湿润着一层薄的水膜,且不挂水珠。

### 玻璃仪器的干燥

有机化学实验室经常需要使用干燥的玻璃仪器,故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之晾干的习惯,以便下次实验时使用。干燥玻璃仪器的方法有下列几种。

#### (1) 自然风干

是指把已洗净的玻璃仪器在干燥架上自然风干,这是常用而简单的方法。但必须注意,若玻璃仪器洗得不够干净时,水珠不易流下,干燥较为缓慢。

#### (2) 烘干

是指把已洗净的玻璃仪器由上层到下层放入烘箱中烘干。放入烘箱中干燥的玻璃仪器,一般要求不带水珠,器皿口侧放。带有磨砂口玻璃塞的仪器,必须取出活塞才能烘干,玻璃仪器上附带的橡胶制品在放入烘箱前也应取下,烘箱内的温度保持 105 左右,约 0.5h,待烘箱内的温度降至室温时才能取出。切不可把很热的玻璃仪器取出,以免骤冷使之破裂,当烘箱已工作时,不能往上层放入湿的器皿,以免水滴下落,使热的器皿骤冷而破裂。

#### (3) 吹干

有时仪器洗涤后需要立即使用,可使用吹干,即用气流干燥器或电吹风把仪器吹干。首先将水尽量晾干后,加入少量丙酮或乙醇摇洗并倾出,先通入冷吹风 1~2min,待大部分溶剂挥发后,再吹入热风至完全干燥为止,最后吹入冷风使仪器逐渐冷却。

## 2.2 五金工具

进行有机化学实验所需要的仪器必须被固定在一定的器具上,图 2.3 是有机化学实验室里所必须常备的一些五金工具。

铁架台、铁夹、十字夹头用来夹住实验仪器,如圆底烧瓶等;铁圈用来放置分液漏斗等;软木塞圈用来放置圆底烧瓶;刮刀用来转移固体;洗瓶用来盛放水或丙酮等洗液;橡皮塞用来固定布氏漏斗在吸滤瓶上;弹簧夹用来夹住导管等。