

第 1 章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验室规则

为了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，学生必须遵守下列规则：

(1) 在进入有机实验室之前，必须认真阅读本章内容，了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前，认真预习有关实验的内容及相关的参考资料。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) 每次实验，先将仪器搭好，经指导老师检查合格后，方可进行下一步操作。在操作前，想好每一步操作的目的、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。

(3) 实验中严格按操作规程操作，如要改变，必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象，如实做好记录。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。课后，按时写出符合要求的实验报告。

(4) 在实验过程中，不得大声喧哗，不得擅自离开实验室。不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室，实验室内不能吸烟和吃东西。

(5) 在实验过程中保持实验室的环境卫生。公用仪器用完后，放回原处，并保持原样；药品取完后，及时将盖子盖好，保持药品台清洁。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。废液应倒在废液桶内（易燃液体除外）固体废物如沸石、棉花等应倒在垃圾桶内，千万不要倒在水池中，以免堵塞。

(6) 实验结束后，将个人实验台面打扫干净，仪器洗、挂、放好，拔掉电源插头。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生待做完值日后，再请指导老师检查、签字。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

1.2 有机化学实验室的安全知识

在实验中我们经常使用有机试剂和溶剂，这些物质大多数都易燃、易爆，而且具有一定的毒性。虽然我们在选择实验时，尽量选用低毒性的溶剂和试剂，但是当大量使用时，对人体也会造成一定伤害，因此，防火、防爆、防中毒已成为有机实验中的重要问题。同时，还应注意安全用电，还要防止割伤和灼伤事故的发生。

1.2.1 防火

引起着火的原因很多，如用敞口容器加热低沸点的溶剂，加热方法不正确等，均可引起着火。为了防止着火，实验中应注意以下几点：

(1) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性，选择正确的加热方法。如对沸点低于 80℃ 的液体在蒸馏时应采用水浴不能直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。处理和使用易燃物时，应远离明火，注意室内通风，及时将蒸气排出。

(3) 易燃、易挥发的废物，不得倒入废液缸和垃圾桶中。量大时，应专门回收处理；量小时，可倒入水池用水冲走，但与水发生猛烈反应者除外。

(4) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 有煤气的实验室，应经常检查管道和阀门是否漏气。

(6) 一旦发生着火，应沉着镇静地及时采取正确措施，控制事故的扩大。首先，立即切断电源，移走易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不用水进行扑救，因为一般有机物不溶于水或遇水可发生更强烈的反应而引起更大的事故。小火可用湿布或石棉布盖熄，火势较大时，应用灭火器扑救。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。

目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时，拔出销钉，将出口对准着火点，将上手柄压下，干粉即可喷出。

二氧化碳灭火器也是有机实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体，适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。

虽然四氯化碳和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能，但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。泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染，给后处理带来麻烦。因此，这两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器，都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火时，还可用砂子扑救，但容器内着火不易使用砂子扑救。

身上着火时，应就近在地上打滚（速度不要太快）将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑，以免造成更大的火灾。

1.2.2 防爆

在有机化学实验室中，发生爆炸事故一般有两种情况：

(1) 某些化合物容易发生爆炸，如过氧化物、芳香族多硝基化合物等，在受热或受到碰撞时，均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时，也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混

合在一起，会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当时，也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞，减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生，应注意以下几点：

(1) 使用易燃易爆物品时，应严格按操作规程操作，要特别小心。

(2) 反应过于猛烈时，应适当控制加料速度和反应温度，必要时采取冷却措施。

(3) 在用玻璃仪器组装实验装置之前，要先检查玻璃仪器是否有破损。

(4) 常压操作时，不能在密闭体系内进行加热或反应，要经常检查反应装置是否被堵塞。如发现堵塞应停止加热或反应，将堵塞排除后再继续加热或反应。

(5) 减压蒸馏时，不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。

(6) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏，均不能将液体蒸干，以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

1.2.3 防中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到：

(1) 称量药品时应使用工具，不得直接用手接触，尤其是毒品。做完实验后，应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风柜中进行或加气体吸收装置，并戴好防护用品。尽可能避免蒸气外逸，以防造成污染。

(3) 如发生中毒现象，应让中毒者及时离开现场，到通风好的地方，严重者应及时送往医院。

1.2.4 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤，在接触这些物质时，最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理：

(1) 被碱灼伤时，先用大量的水冲洗，再用 1%~2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗，然后再用水冲洗，最后涂上烫伤膏。

(2) 被酸灼伤时，先用大量的水冲洗，然后用 1% 的碳酸氢钠溶液清洗，最后涂上烫伤膏。

(3) 被溴灼伤时，应立即用大量的水冲洗，再用酒精擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色，然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4) 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油，然后擦烫伤膏。

(5) 以上这些物质一旦溅入眼睛中，应立即用大量的水冲洗，并及时去医院治疗。

1.2.5 防割伤

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

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时，用力处不要离塞子太远，如图 1-1 中(a)和(c)所示。图 1-1 中(b)和(d)的操作是不正确的。尤其是插入温度计时，要特别小心。

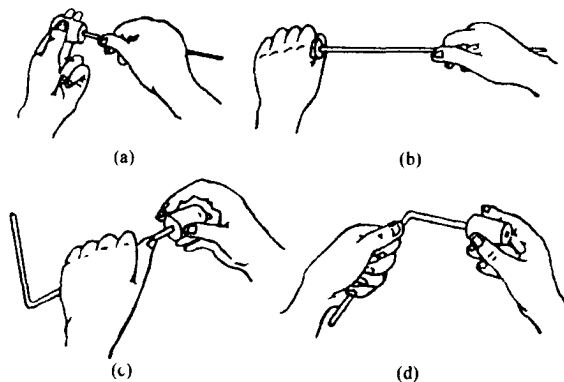


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利，使用时，要将断口处用火烧至熔化，使其成圆滑状。

发生割伤后，应将伤口处的玻璃碎片取出，再用生理盐水将伤口洗净，涂上红药水，用纱布包好伤口。若割破静（动）脉血管，流血不止时，应先止血。具体方法是：在伤口上方约 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住，然后再进行处理或送往医院。

实验室应备有急救药品，如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1%~2% 的乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、龙胆紫、凡士林等。还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

1.2.6 用电安全

进入实验室后，首先应了解水、电、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或拔插头。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，再去拔插头。

1.3 有机化学实验预习、记录和实验报告

有机化学实验课是一门综合性较强的理论联系实际的课程。它是培养学生独立工作能力的重要环节。完成一份正确、完整的实验报告，也是一个很好的训练过程。实验报告分三部分：实验前预习、现场记录及课后实验总结。

1.3.1 实验预习

实验预习的内容包括：

- (1) 实验目的 写出本次实验要达到的主要目的。
- (2) 反应及操作原理 用反应式写出主反应及副反应，并写出反应机理，简单叙述操作原理。
- (3) 画出反应及产品纯化过程的流程图。
- (4) 按实验报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。
- (5) 画出主要反应装置图，并标明仪器名称。
- (6) 写出操作步骤。

预习时，应想清楚每一步操作的目的是什么，为什么这么做，要弄清楚本次实验的关键步骤和难点，实验中有哪些安全问题。预习是做好实验的关键，只有预习好了，实验时才能做到又快又好。

1.3.2 实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料，实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此，学会做好实验记录也是培养学生科学作风及实事求是精神的一个重要环节。

作为一位科学工作者，必须对实验的全过程进行仔细观察。如反应液颜色的变化，有无沉淀及气体出现，固体的溶解情况，以及加热温度和加热后反应的变化等等，都应认真记录。同时还应记录加入原料的颜色和加入的量、产品的颜色和产品的量、产品的熔点或沸点等物化数据。记录时，要与操作步骤一一对应，内容要简明扼要，条理清楚。记录直接写在报告上。不要随便记在一张纸上，课后抄在报告上。

1.3.3 实验报告

这部分工作在课后完成。内容包括：

- (1) 对实验现象逐一作出正确的解释。能用反应式表示的尽量用反应式表示。
- (2) 计算产率。在计算理论产量时，应注意：① 有多种原料参加反应时，以摩尔数最小的那种原料的量为准；② 不能用催化剂或引发剂的量来计算；③ 有异构体存在时，以

各种异构体理论产量之和进行计算，实际产量也是异构体实际产量之和。计算公式如下：

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

(3) 填写物理常数测试表。分别填上产物的文献值和实测值，并注明测试条件，如温度、压力等。

(4) 对实验进行讨论与总结：① 对实验结果和产品进行分析；② 写出做实验的体会；分析实验中出现的问题和解决的办法；④ 对实验提出建设性的建议。通过讨论来总结、提高和巩固实验中所学到的理论知识和实验技术。

一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验理解的深度、综合解决问题的能力及文字表达的能力。

现举例说明实验报告的具体写法。

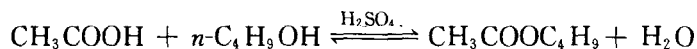
乙酸正丁酯的合成

1. 实验目的

- (1) 了解缩合反应、酯化反应的原理及合成方法。
- (2) 学习萃取原理及操作（分液漏斗的使用）。
- (3) 学习干燥原理及操作。
- (4) 熟悉分水器的使用。

2. 反应原理与操作原理

(1) 缩合反应是两个以上有机分子发生反应，放出水、氨、氯化氢等简单小分子而得到较大分子的反应。酯化反应是缩合反应的特例。本反应由正丁醇和冰乙酸在硫酸催化下生成乙酸正丁酯和水，反应式为



本反应为平衡反应，为了使反应进行到底，本实验利用反应体系本身生成共沸混合物这一特点，将生成的水从反应体系中分离出来。为了达到这一目的，在实验中采用了分水器。

(2) 萃取是利用化合物在两种互不相溶的溶剂中溶解度的不同，使化合物从一种溶剂中转移到另一种溶剂中的方法。本实验利用分液漏斗达到萃取和洗涤的目的。

(3) 干燥法主要用于除去固体、液体或气体中的少量水分。本实验用干燥剂无水硫酸镁去掉洗涤后体系中存在的少量水分。

3. 产品纯化过程流程图

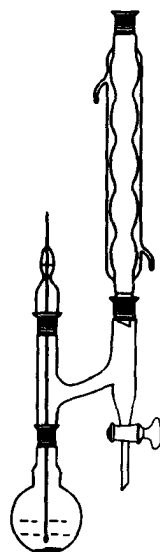
4. 主要试剂、产物的物理和化学性质

名称	相对分子质量	折射率 n_D^{20}	相对密度 d_4^{20}	沸点/°C	熔点/°C	溶解度/ (g/100mL)			投料量	摩尔数/ mol	理论产量
						水	醇	醚			
正丁醇	74.12	1.3993	0.8098	117.25	-89.53	溶	溶	溶	4.1g(或 5mL)	0.054	
冰乙酸	60.5	1.3716	1.0492	117.9	16.5	溶	溶	溶	3.7g(或 3.5mL)	0.061	
硫酸	98.08		1.84 (98%)	338	10.36	溶	溶		1滴	0.0028	
乙酸正丁酯	116.16	1.3941	0.8825	124~126	-77.9	微	溶	溶			6.27g

5. 仪登装置图

主要装置图

名称	规格	数量
短颈圆底烧瓶	50mL	1
分水器		1
球形冷凝器	200mm	1
梨形分液漏斗	50mL	1
锥形瓶	具塞	2
烧杯		1
量筒	10mL	1
直形冷凝器	200~250mm	1
接引管		1
温度计	0~150°C	1
表面皿		1
玻棒		1
漏斗		1



6. 预习实验步异、现场记录及实验现象解释

操作步孩 (预习部分)	实验记录 (现场部分)	现象解释 (课后总结)
<p>按图将实验装置搭好。在分水器一端做好记号,加水至标记处。</p> <p>在反应瓶中加入5mL正丁醇,3.5mL冰乙酸,边摇边滴加1滴浓硫酸,加入2粒沸石。装好温度计,开始加热。</p>	<p>按图搭好装置,做好标记,加水至标记处。</p> <p>加入反应原料:正丁醇5mL,冰乙酸3.5mL,均为无色液体,浓硫酸1滴略带黄色,此时反应液为黄色。加沸石2粒。温度计装好后开始加热。</p>	<p>浓硫酸长期放置易被空气氧化,使其带有颜色。</p>

续表

操作步异 (预习部分)	实验记录 (现场部分)	现象解释 (课后总结)
<p>温度控制在 80 以下反应 10min, 然后提高温度使其回流。当体系中无水珠穿行时可停止加热, 约 15min。待溶液冷却后, 将体系中分出来的水倒回反应瓶中与反应液一起分液。</p> <p>先将下层水分出, 然后用 10mL 10%碳酸氢钠水溶液洗涤, 测 pH 值。再用 10mL 水洗涤一次, 分出水层。</p> <p>将有机层倒入一个干燥并且干净的锥形瓶中, 加入少量无水硫酸镁进行干燥, 约 10 ~ 15min。</p> <p>搭好蒸馏装置, 将滤去干燥剂的粗产品加入蒸馏瓶中, 加入 2 粒沸石, 装好温度计, 开始加热。收集 124 ~ 126 之间的馏分。</p>	<p>温度控制在 70 ~ 80 之间反应 10min 后, 提高温度使体系回流, 分水器另一侧有明显水珠穿行, 10min 后无水珠穿行, 又加热约 5min, 停止加热。此时温度为 130°C, 分出水 1mL。将分出来的水倒入反应瓶中, 与反应液一起倒入分液漏斗中, 进行分液。</p> <p>分出下层水溶液, pH=1。用 10mL 10%碳酸氢钠水溶液洗涤后, 有机相 pH=7, 10mL 水洗涤一次 水相 pH=7 分出水层, 有机层进行干燥。</p> <p>加入于干燥剂约 0.2g 无明显悬浮固体, 干燥剂结块 又加入 0.2g, 可见悬浮干燥剂存在。静止约 10min。</p> <p>常压蒸馏纯化产品, 接馏头两滴, 收集 123~125 之间馏分, 得产品 5.35g。产品为无色透明液体, 略有香味。</p>	<p>由于水与产物和反应物不互溶, 而且水的密度大, 而使水珠通过有机层落入水层。</p> <p>说明溶液已被中和。</p> <p>有悬浮干燥剂存在说明干燥剂用量已够。</p>

7. 产品产量的计算

$$\text{产率} = \frac{5.35}{6.27} \times 100\% = 85\%$$

8. 物理常数侧试

名称	项目与测试	文献值/°C	实测值/°C	注
乙酸正丁酯	沸点, 常量法	124~126	123~125	

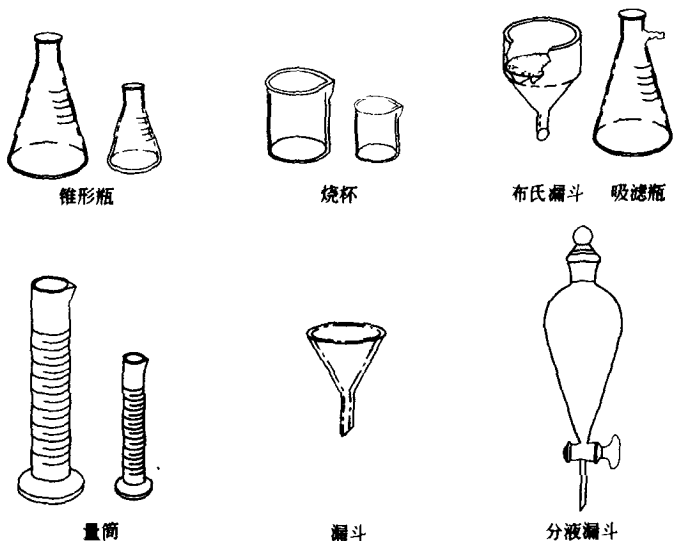
9. 总结与讨论 (可根据自己在实验过程中对本次实验的理解和体会进行总结和讨论)

1.4 有机化学实验常用仪器和设备

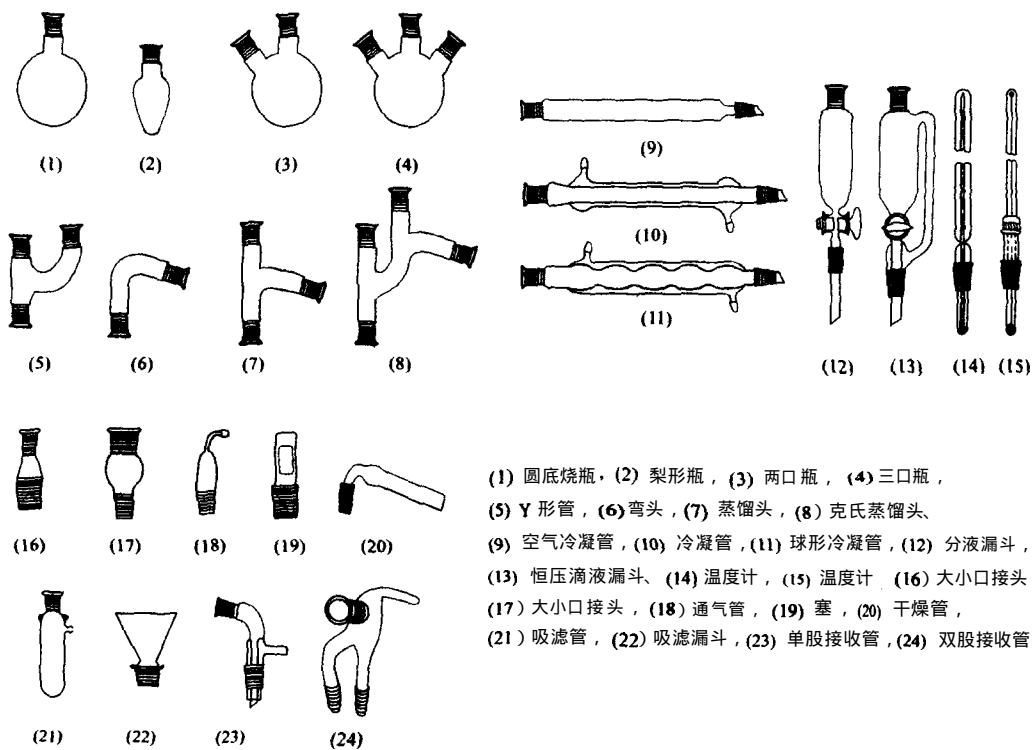
了解实验所用仪器及设备的性能、正确使用的方法和如何保养, 是对每一个实验者最起码的要求。

1.4.1 玻璃仪器

玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差, 但是价格便宜 因此, 一般用它制作的仪器均不耐温 如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质

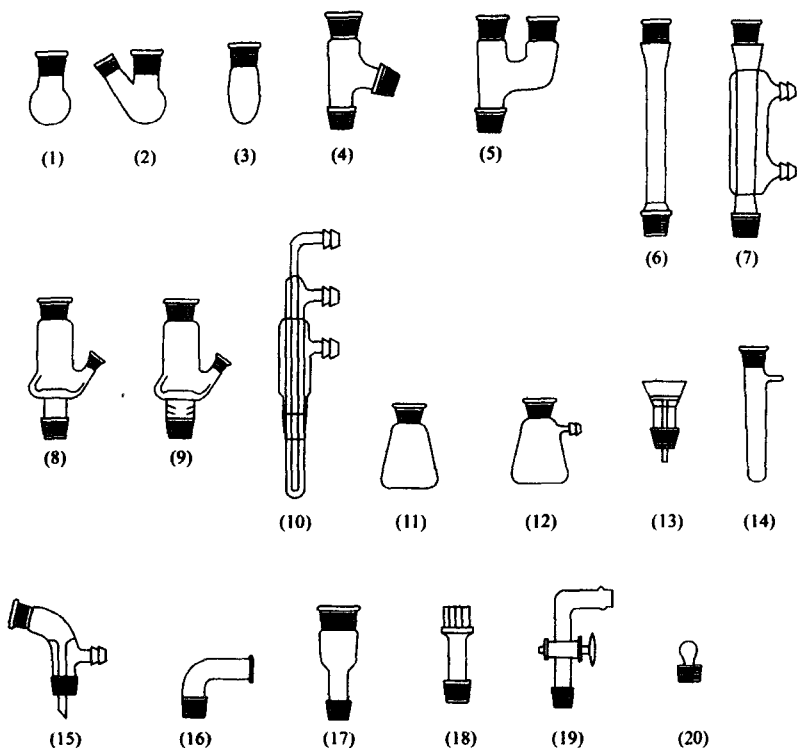


(a) 常用普通玻璃仪器



- (1) 圆底烧瓶, (2) 梨形瓶, (3) 两口瓶, (4) 三口瓶,
 (5) Y形管, (6) 弯头, (7) 蒸馏头, (8) 克氏蒸馏头,
 (9) 空气冷凝管, (10) 冷凝管, (11) 球形冷凝管, (12) 分液漏斗,
 (13) 恒压滴液漏斗, (14) 温度计, (15) 温度计, (16) 大小口接头,
 (17) 大小口接头, (18) 通气管, (19) 塞, (20) 干燥管,
 (21) 吸滤管, (22) 吸滤漏斗, (23) 单股接收管, (24) 双股接收管

(b) 常用标准磨口仪器



(1) 圆底烧瓶；(2) 二口烧瓶；(3) 离心试管（又称锥底反应瓶）；(4) 蒸馏头；(5) 克莱森接头；(6) 空气冷凝管；(7) 直型冷凝管；(8) 微型蒸馏头；(9) 微型分馏头；(10) 真空直形冷凝器（真空冷阱）；(11) 锥形瓶；(12) 抽滤瓶；(13) 玻璃漏斗及玻璃钉；(14) 具支试管；(15) 真空接收管；(16) 干燥管；(17) 大小头接头；(18) 温度计套管（直通式）；(19) 三通活塞、导气管；(20) 玻璃塞

(c) 国产微型化学制备仪器示意图

图 1-2 有机化学实验常用玻璃仪器

玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性，制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用，如烧瓶、烧杯、冷凝器等。

玻璃仪器一般分为普通和标准磨口两种。在实验室常用的普通玻璃仪器有非磨口锥形瓶、烧杯、布氏漏斗、吸滤瓶、普通漏斗、分液漏斗等 见图 1-2(a)。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝器、接收管等 具体形状见图 1-2(b)。玻璃仪器用途见表 1-1。

标准磨口仪器根据磨口口径分为 10,14,19,24,29,34,40,50 等号。相同编号的子口与母口可以连接。当用不同编号的子口与母口连接时，中间可加一个大小口接头。当使用 14/30 这种编号时 表明仪器的口径为 14mm 磨口长度为 30mm。学生使用的常量仪器一般是 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

表 1-1 有机化学实验常用仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备注
圆底烧瓶	用于反应、回流加热及蒸馏	
三口圆底烧瓶	用于反应,三口分别安装电搅拌器、回流冷凝管及温度计等	
冷凝管	用于蒸馏和回流	
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	
单股接收管	用于常压蒸馏	
双股接收管	用于减压蒸馏	
分馏柱	用于分馏多组分混合物	
恒压滴液漏斗	用于反应体系内有压力使液体顺利滴加	
分液漏斗	用于溶液的萃取及分离	也可用于滴加液体
锥形瓶	用于储存液体,混合溶液及加热少量溶液	不能用于减压蒸馏
烧杯	用于加热溶液,浓缩溶液及用于溶液混合和转移	
量筒	量取液体	切勿用直接火加热
吸滤瓶	用于减压过滤	不能直接火加热
布氏漏斗(Büchner funnel)	用于减压过滤	磁质
磁板漏斗(Hirsch funnel)	用于减压过滤	磁质,磁质板为活动圆孔板
熔点管(Thiele tube)	用于测熔点	内装石蜡油、硅油或浓硫酸
干燥管	装干燥剂,用于无水反应装置	

10号磨口仪器。使用玻璃仪器时应注意以下几点：

- (1) 使用时,应轻拿轻放。
- (2) 不能用明火直接加热玻璃仪器,加热时应垫石棉垫。
- (3) 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器,如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等。
- (4) 玻璃仪器使用后,应及时清洗干净,特别是标准磨口仪器放置时间太久,容易黏结在一起,很难拆开。如果发生此情况,可用热水煮黏结处或用热风吹磨口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌轻轻敲打黏结处。玻璃仪器最好自然晾干。
- (5) 带旋塞或具塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口接触处夹放纸片或涂抹凡士林,以防黏结。

(6) 标准磨口仪器磨口处要干净，不得粘有固体物质。清洗时，应避免用去污粉擦洗磨口，否则，会使磨口连接不紧密，甚至会损坏磨口。

(7) 安装仪器时，应做到横平竖直，磨口连接处不应受歪斜的应力，以免仪器破裂。

(8) 一般使用时，磨口处无需涂润滑剂，以免粘有反应物或产物。但是反应中使用强碱时，则要涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而黏结在一起，无法拆开。当减压蒸馏时，应在磨口连接处涂润滑剂，保证装置密封性好。

(9) 使用温度计时，应注意不要用冷水冲洗热的温度计，以免炸裂，尤其是水银球部位，应冷却至室温后再冲洗。不能用温度计搅拌液体或固体物质，以免损坏后，因有汞或其他有机液体而不好处理。

1.4.2 金属工具

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、镊子、剪刀、锉刀、打孔器、不锈钢小勺等。这些仪器应放在实验室规定的地方。要保持这些仪器的清洁，经常在活动部位加上一些润滑剂，以保证活动灵活不生锈。

1.4.3 常用反应装置

在有机实验中，搭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。常用反应装置有回流反应装置、带有搅拌及回流的反应装置、带有气体吸收的装置、分水装置、水蒸气蒸馏装置等。图 1-3 为常见的常量反应装置图，图 1-4 为微量反应装置图。

以上介绍了部分反应装置，还有一些提纯装置将在有关章节中介绍。

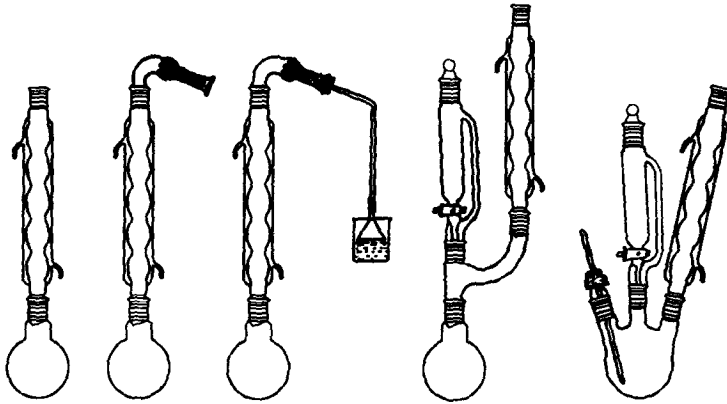
1.4.4 仪器的选择

有机化学实验的各种反应装置都是由一件件玻璃仪器组装而成的，实验中应根据要求选择合适的仪器。一般选择仪器的原则如下：

(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体积的 $1/3 \sim 1/2$ ，也就是说烧瓶容积的大小应是液体体积的 1.5 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 $1/3$ 。

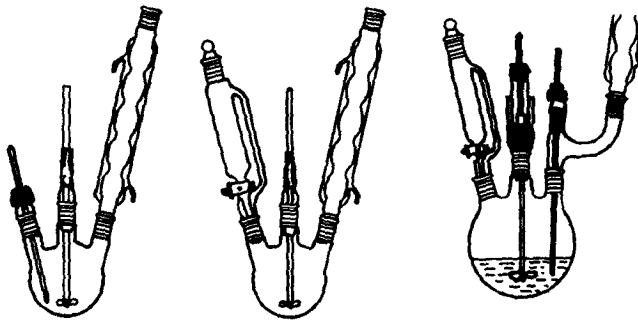
(2) 冷凝管的选择 一般情况下回流用球形冷凝管，蒸馏用直形冷凝管。但是当蒸馏温度超过 140 时应改用空气冷凝管，以防温差较大时，由于仪器受热不均匀而造成冷凝管断裂。

(3) 温度计的选择 实验室一般备有 150℃ 和 300℃ 两种温度计，根据所测温度可选用不同的温度计。一般选用的温度计要高于被测温度 10℃~20℃。

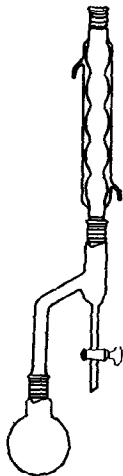


(a) 回流冷凝装置

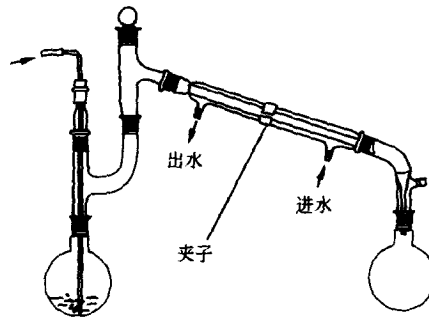
(b) 回流滴加装置



(c) 机械搅拌装置

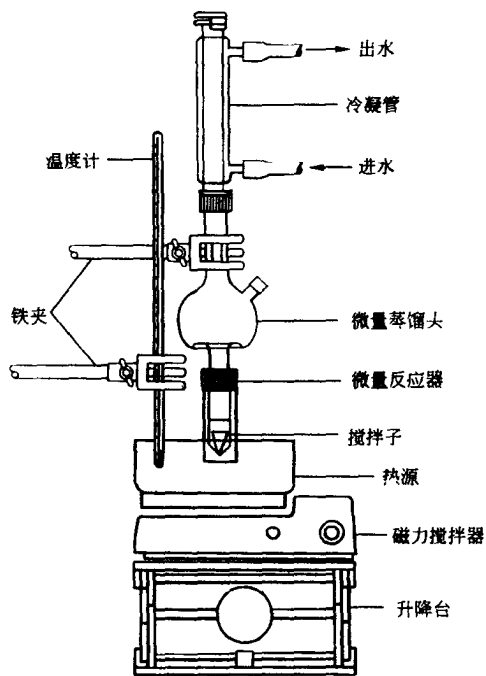


(d) 带分水器的回流装置

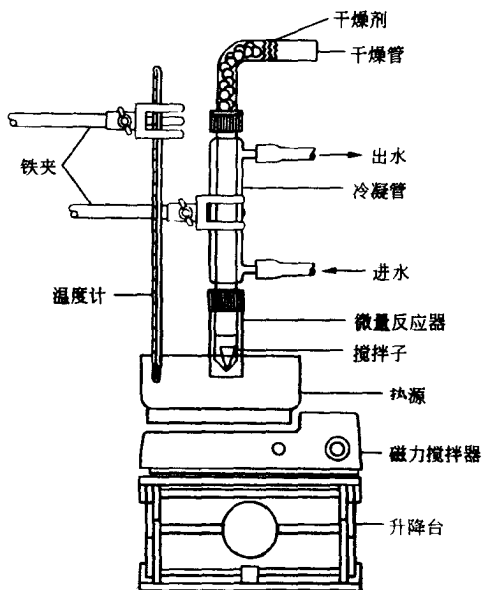


(e) 水蒸气蒸馏装置

图 1-3 常量反应装置图



(a) 微量蒸馏装置



(b) 带有干燥剂的微量回流反应装置

图 1-4 微量反应装置图

1.4.5 仪器的装配与拆卸

安装仪器时，应选好主要仪器的位置，要先下后上，先左后右，逐个将仪器边固定边组装。拆卸的顺序则与组装相反。拆卸前，应先停止加热，移走加热源，待稍微冷却后，先取下产物，然后再逐个拆掉。拆冷凝管时注意不要将水洒到电热套上。

1.4.6 电器设备

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 是一种用于快速烘干仪器的设备，如图 1-5。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。

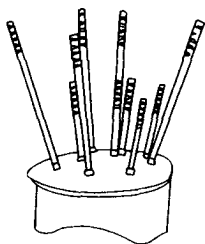


图 1-5 气流烘干机

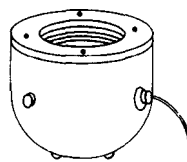


图 1-6 电热套

(3) 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，中间填上保温材料如图 1-6。根据内套直径的大小分为 50,100,150,200,250mL 等规格最大可到 3000mL。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。

(4) 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：

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。

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 $2/3$ 。

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。

(5) 搅拌器 一般用于反应时搅拌液体反应物，搅拌器分为电动搅拌器和电磁搅拌器。

使用电动搅拌器时，应先将搅拌棒与电动搅拌器连接好，再将搅拌棒用套管或塞子与反应瓶连接固定好，搅拌棒与套管的固定一般用乳胶管，乳胶管的长度不要太长也不要太短，以免由于摩擦而使搅拌棒转动不灵活或密封不严。在开动搅拌器前，应用手先空试搅拌器转动是否灵活，如不灵活应找出摩擦点，进行调整，直至转动灵活。如是电机问题，应向电机的加油孔中加一些机油，以保证电机转动灵活或更换新电机。

电磁搅拌器能在完全密封的装置中进行搅拌。它由电机带动磁体旋转，磁体又带动反应器中的磁子旋转，从而达到搅拌的目的。电磁搅拌器一般都带有温度和速度控制旋转钮，使用后应将旋钮回零，使用时应注意防潮防腐。

(6) 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 1-7 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：

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。

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。

1.4.7 其他设备

实验室还有一些辅助设备，如称量设备、减压设备等。使用时应注意正确使用，以保证设备的灵敏度及准确性。

1. 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 1-8）。它采