

有机化学实验基本知识

有机化学是一门以实验为基础的化学，许多有机化学理论与规律都来自实验，同时，通过实验也可验证理论，巩固和加深对理论的理解。有机化学实验课的教学，可使学生会和掌握有关有机化学实验的基本操作技能，从中培养学生良好的实验工作方法和工作习惯，以及实事求是和严谨的科学态度。为此，学生在进行有机化学实验之前，应当学习和熟悉以下内容。

一、有机化学实验室规则

1. 实验课前应认真预习实验内容，了解本次实验的目的要求，领会实验原理和反应方程式，了解有关实验步骤、实验装置和注意事项，写出实验提纲，作到心中有数。
2. 实验开始时，先清点仪器，准备出本次实验要用的仪器，如发现缺损应立即补领或更换。
3. 实验时应精神集中，认真操作，细致观察，积极思考，如实记录。实验室内不得高声叫喊或谈笑喧哗，应保持环境安静，不得擅自离开实验场所。
4. 遵从教师的指导，按照实验讲义规定的实验步骤、仪器规格和试剂用量进行操作，如有改进意见，需经指导教师同意后方可变动。
5. 要保持实验室整洁。实验台上尽量不放与实验无关的物品。为防止杂物堵塞下水道或水槽，火柴梗、废纸和沸石等固体物应投到废物缸中，废酸和废碱应倒入废液缸中，废溶剂应倒入指定的回收瓶中统一处理。
6. 实验完毕，将仪器洗净，点齐放好，仪器如有损坏，应办补领手续。清扫桌面整洁后，请指导教师检查后方能离开实验室。实验仪器和药品不准私自带出实验室。
7. 值日生负责打扫实验室，把废物容器倒净。离开实验室前要关水、关电和关窗。

二、有机化学实验室的安全

(一) 有机化学实验室安全守则

1. 熟悉安全用具如灭火器材、砂箱以及急救箱的放置地点和使用方法，并妥善保管，不准挪为它用。

2. 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确，在征得指导教师同意后方可进行实验。

3. 禁用湿手或湿的物体接触电源。水、电和煤气用毕应立即关闭。点燃的火柴用后立即熄灭，不得乱扔。

4. 不少有机化合物有毒，因此实验时应注意通风，尽量避免吸入烟雾和蒸气。实验试剂不得入口。严禁在实验室内饮食、吸烟，或把食具带入实验室。实验结束后应洗净双手。

5. 进入实验室应穿实验工作服，不得穿拖鞋。有一定危险的实验，应使用防护镜、面罩、手套等防护设备。

6. 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。不得将易燃液体放在敞口容器中直火加热。易燃和易挥发的废弃物不得倒入废液缸或垃圾桶中，量大时应专门回收处理。

7. 常压或加热系统一定不能造成密闭体系，应与大气相通。

8. 在减压系统中应使用耐压仪器，不能使用锥形瓶、平底烧瓶等不耐压的容器。

9. 无论常压或减压蒸馏都不能将液体蒸干，以防局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

(二) 事故的处理和急救

1. 火灾的处理

不慎失火，一方面应立即关闭煤气，熄灭其它火源，切断电源，然后迅速移开周围易燃物；另一方面立即灭火。有机实验室灭火，通常采取隔绝空气灭火法，通常不能用水，灭火时视火情采取以下办法：

(1) 火势小时，可用湿布把着火的仪器包裹起来，或用沙子灭火。火势大时，要用灭火器灭火。

(2) 油类着火，要用沙子或灭火器灭火。

(3) 电器着火，应切断电源，然后使用不导电的二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器来灭火，决不能使用水或泡沫灭火器灭火。但因四氯化碳有毒，使用四氯化碳灭火器后应立即打开门窗，以防中毒。

(4) 衣服着火时，应保持冷静，不要乱跑，应立即用石棉布覆盖着火处或立即脱下衣服，必要时可卧地打滚。

2. 化学试剂的灼伤

(1) 酸灼伤皮肤时，应立即用大量水冲洗，然后用 $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液洗冲，最后再用水洗。伤势严重者应送医院治疗。酸溅入眼内，应用大量水来冲洗，再用 $10\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液洗，最后用蒸馏水洗。

(2) 碱灼伤皮肤时，立即用大量水来冲洗，然后用 $10\sim 20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸或乙酸溶液洗，最后用水洗。碱溅入眼内，应先用大量水冲洗，再用 $10\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸溶液洗，最后用蒸馏水洗。

(3) 溴灼伤皮肤，应用水冲洗，再用酒精擦洗或用 $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色，然后涂上甘油或烫伤油膏。

3. 割伤 玻璃割伤应先把伤口处的玻璃碎片取出，挤出污血，再用 $30\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 双氧水或红汞（或碘酒）涂抹，最后用纱布包扎。伤口严重者，应先止血，并送医院处理。

4. 烫伤 轻伤者在伤处涂万花油或苦味酸溶液；重伤者立即送医院处理。

5. 急救箱 实验室应备有急救箱，备有以下物品：

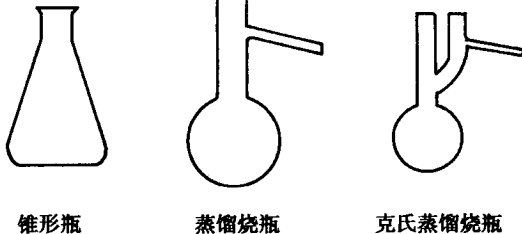
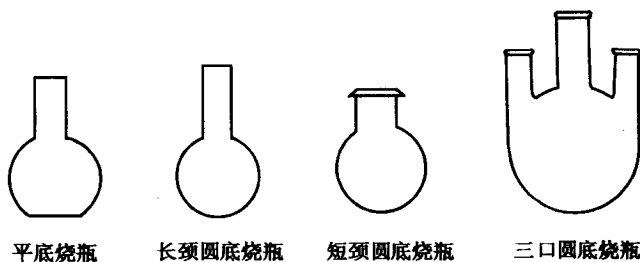
纱布、脱脂棉、胶布、绷带、剪刀、镊子、碘酒、双氧水、 $10\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸溶液、 $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液、 $10\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸溶液、医用酒精、万花油、烫伤油膏、红汞等。

三、有机化学实验常用仪器和设备

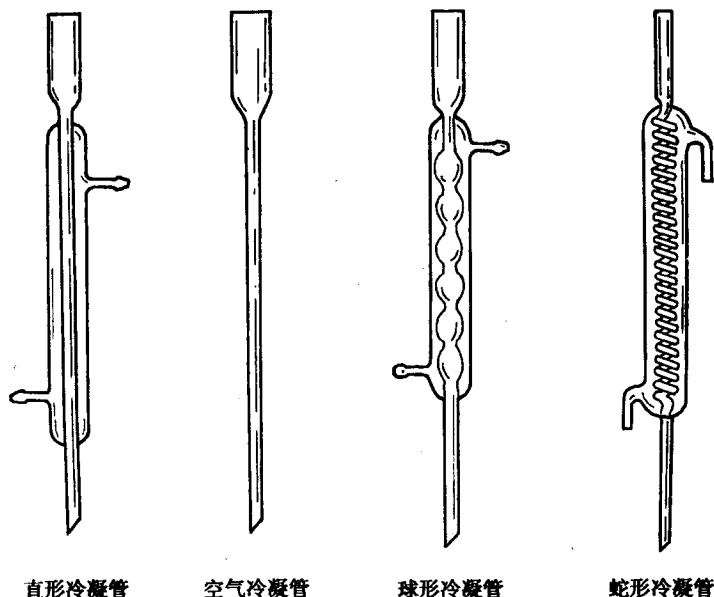
(一) 有机化学实验常用玻璃仪器和规格

1. 常用普通玻璃仪器

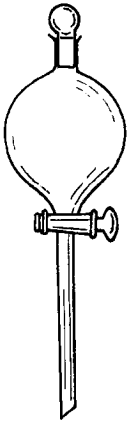
(1) 烧瓶类



(2) 冷凝管类



(3) 漏斗类



圆形分液漏斗



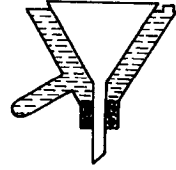
梨形分液漏斗



滴液漏斗

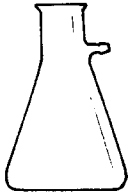


布氏漏斗



保温漏斗

(4) 其它



抽滤瓶

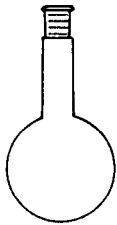


研钵

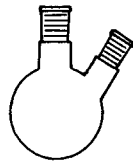
2. 常用标准磨口玻璃仪器



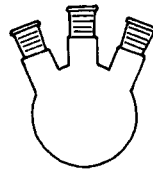
短颈圆底烧瓶



长颈圆底烧瓶



二口烧瓶



斜三口烧瓶



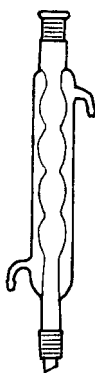
梨形烧瓶



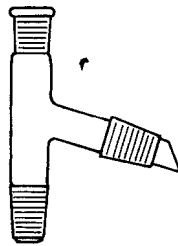
直形冷凝管



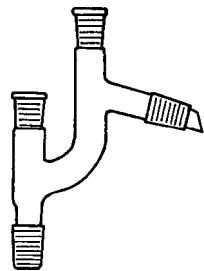
空气冷凝管



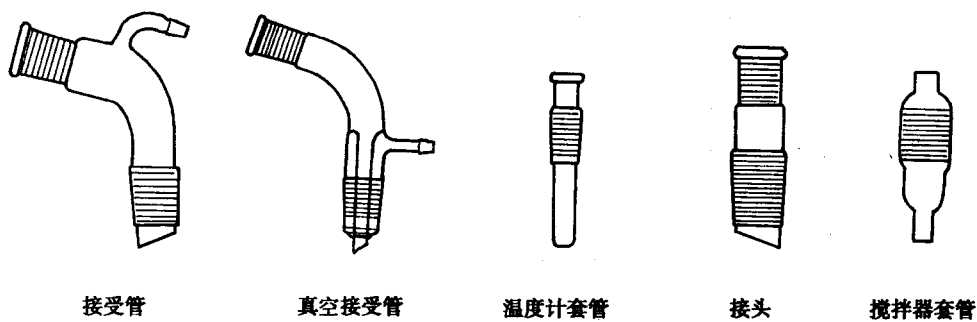
球形冷凝管



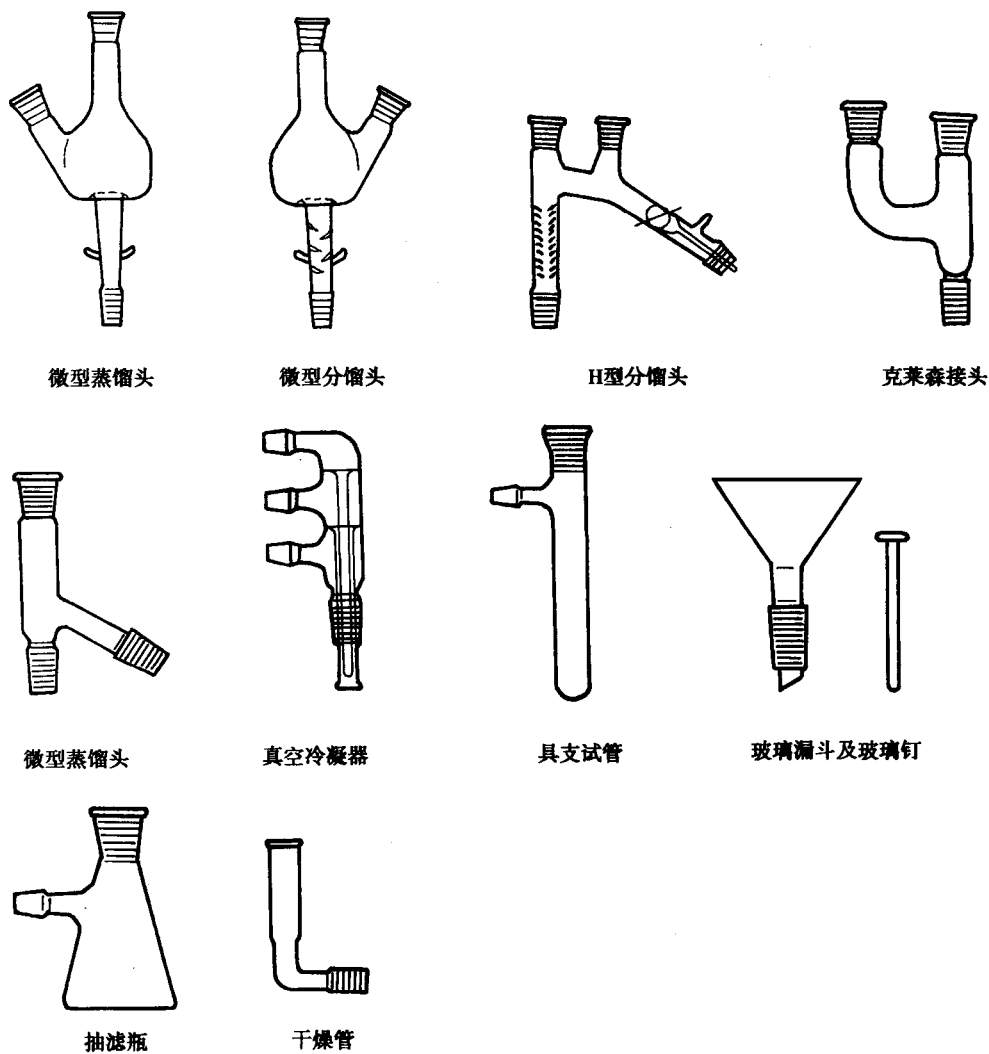
蒸馏头



克氏蒸馏头



3. 常用微型化学实验玻璃仪器



4. 标准磨口玻璃仪器的规格

标准磨口玻璃仪器是一类按国际通用技术标准制造的具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于标准磨口玻璃仪器具有口塞尺寸的标准化、系列化和磨砂口塞的密合性特点，所

以，凡属于同类规格的磨口和磨塞都可以紧密相连，不同规格的玻璃仪器也可借助不同编号的磨口接头使之连接。

标准磨口仪器的规格常用数字编号表示，常用标准磨口有 10 口、14 口、19 口、24 口和 29 口等，数字表示磨口最大端直径的毫米数整数。有的标准磨口玻璃仪器有两个数字 例如 10/30 这表示磨口最大直径处为 10mm 磨口长度为 30mm。

学生使用的常量玻璃仪器一般是 19 口的磨口玻璃仪器，微型化学实验中采用 10 口磨口玻璃仪器。

国产微型化学实验中使用的玻璃仪器大多数是常规玻璃仪器的微型化产物，如圆底烧瓶、直形冷凝管、空气冷凝管、锥形瓶等，其形状与常规玻璃仪器完全一样，只是小容量的 10 口磨口玻璃仪器。但是有些与常规玻璃仪器有一定的差别。

(二) 有机化学实验常用玻璃仪器的使用、洗涤和干燥

1. 有机化学实验常用仪器的应用范围 (见表 1-1)

表 1-1 有机化学实验常用仪器的应用范围

仪器名称	主要用途和注意事项
圆底烧瓶	用于反应、回流、加热和蒸馏
三口圆底烧瓶	用于同时需搅拌、控温和回流的反应
直形冷凝管	用于蒸馏或回流
球形冷凝管	用于回流
刺形分馏柱	用于分馏多组分混合物
蒸馏头	用于常压蒸馏
克氏蒸馏头	用于减压蒸馏
微型蒸馏头	用于微型化学实验中的常压蒸馏、减压蒸馏、固液萃取、水蒸气蒸馏
微型分馏头	用于微型化学实验中分馏
H 型分馏头	用于微型化学实验中的常压蒸馏、减压蒸馏和水蒸气蒸馏
克莱森接头	用于微型化学实验中的减压蒸馏、水蒸气蒸馏
真空冷凝器	用于微型化学实验中的减压蒸馏、减压升华
布氏漏斗	用于减压过滤，瓷质，不能直接加热，滤纸要略小于漏斗的内径
玻璃漏斗及玻璃钉	用于少量化合物的过滤，由普通漏斗和玻璃钉组成
抽滤瓶	用于减压过滤。使用中应注意：不能直接加热；和布氏漏斗配套使用，其间应用橡胶塞连接，确保密封性良好
接受管	用于常压蒸馏
真空接受管	用于减压蒸馏
温度计套管	用于蒸馏时套接温度计
接头	用于连接不同口径的磨口玻璃仪器
研钵	用于研碎固体

仪器名称	主要用途和注意事项
干燥管	用于干燥气体。用时两端用棉花或玻璃纤维填塞,中间装干燥剂
分液漏斗	用于液体的分离、萃取或洗涤。不得加热,活塞不能互换
滴液漏斗	用于反应时滴加溶液

2. 玻璃仪器使用注意事项

(1) 加热玻璃仪器时要垫石棉网。

(2) 抽滤瓶、量筒等厚玻璃仪器不耐热,不能加热使用;锥形瓶不耐压,不能用于减压操作中;计量容器不能高温烘烤。

(3) 具活塞的玻璃仪器清洗之后,在活塞与磨口之间应放纸片,以防粘连。

(4) 温度计不能当作搅拌棒使用,温度计用后一般温度较高,不能立即用冷水冲洗,以免炸裂。

(5) 使用完玻璃仪器后,应及时清洗、晾干。

(6) 标准磨口玻璃仪器使用注意事项

1) 磨口处必须洁净。若粘附固体物,则磨口对接不紧密,将导致漏气,甚至损坏磨口。

2) 一般使用磨口仪器时,不必涂抹润滑剂,以免润滑剂粘污反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂抹润滑剂,以防磨口和磨塞处受碱的腐蚀粘牢而无法拆卸。减压蒸馏时,应涂真空脂。

3) 安装标准磨口仪器时,应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则玻璃仪器易损坏。

4) 磨口玻璃仪器用后应及时拆卸洗净,以免放置过长时间造成磨口与磨塞之间粘牢而难以拆开。

3. 玻璃仪器的洗涤和干燥

(1) 玻璃仪器的洗涤:有机化学实验所用的玻璃仪器应当是清洁和干燥的。清洁的玻璃仪器是实验成功的重要条件,它可以避免杂质对反应的影响,确保实验顺利进行。

1) 清洗玻璃仪器的一般方法:把玻璃仪器和毛刷淋湿,蘸取洗衣粉或洗涤剂,擦洗仪器内外壁,再用清水洗涤干净。仪器倒置,器壁不挂水珠,即已洗净,可供一般实验用。洗涤时应根据不同的玻璃仪器选择使用不同形状和型号的刷子,如试管刷、烧杯刷、圆底烧瓶刷和冷凝管刷等。

2) 用酸、碱或有机溶剂洗涤的方法:若用一般的方法难以洗净时,则可根据有机反应残渣的性质,用适当的溶液溶解后再洗涤。

碱性残渣物用稀硫酸或稀盐酸浸泡溶解;酸性残渣物用稀氢氧化钠浸泡溶解;不溶于酸碱的物质可选用合适的有机溶剂溶解,如回收的苯、乙醚、乙醇和丙酮等。但必需注意,不能用大量的化学试剂或有机溶剂清洗仪器,以免造成浪费或危险。

3) 超声波清洗:由超声波发生器发出的高频振荡信号,通过换能器转换成高频机械振荡而传播到清洗溶剂介质中,超声波在清洗液中疏密相间的向前辐射,使液体流动而产生数以万计的微小气泡。在这种被称之为“空化”效应的过程中,气泡闭合可形成超过 1000

个气压的瞬间高压，连续不断地产生瞬间高压就像一连串小“爆炸”不断地冲击物件表面，使物件的表面及缝隙中的污垢迅速剥落，从而达到物件表面净化的目的。

利用超声波清洗，其清洗净洁度及清洗速度较一般传统清洗方法效果高出 5~8 倍，特别是对玻璃制品、玻璃管、瓶等易碎物品，塑料制品及一些手工无法清洗的物品，以及沾有油垢的物品，其清洗效果是人工清洗无法代替的。

采用超声波清洗，一般有两类清洗剂：化学溶剂、水基清洗剂等。清洗介质的化学作用，可以加速超声波清洗效果，超声波清洗是物理作用，两种作用相结合，可对物件进行充分、彻底的清洗。

(2)干燥：有机实验的玻璃仪器不但需要清洁，而且常常需要干燥。干燥玻璃仪器的方法有以下几种：

1)自然风干：将洗净的仪器倒置或放在干燥架上自然风干。

2)烘箱中烘干：仪器口朝下放入烘箱中，带活塞的仪器放入烘箱中时，应将塞子拿开，以防磨口和塞子受热发生粘连。烘箱内温度保持 100~110 约半小时后，等待烘箱内温度降至室温时取出即可使用。

3)气流烘干：放到气流干燥器的支管上烘干。

4)用有机溶剂干燥：急待用的仪器，可将水尽量沥干，然后用少量丙酮荡洗几次，回收溶剂后，用吹风机吹干即可使用。

(三)有机化学实验常用设备

1. 烘箱

带有自动控温系统的电热鼓风干燥箱是实验室常用设备，使用温度为 50~300℃ 通常使用温度应控制在 100~120℃ 的范围。烘箱用来干燥玻璃仪器或干燥无腐蚀、无挥发性、加热不分解的物品。

2. 气流烘干机

是一种通过热气流快速吹干玻璃仪器的设备，设有冷和热风档。使用时，将玻璃仪器套在吹风管上吹干。

3. 电热套

是用玻璃和石棉纤维丝包裹着电热丝制成的电加热器。此设备属于热气流加热，它不是明火加热，因而具有受热均匀、热效率高、不易引起火灾的特点。加热温度可用调压变压器控制，主要用作回流加热的热源。

4. 磁力搅拌器

它是通过电机带动磁体的旋转，而旋转的磁体又带动容器内磁子的旋转，从而达到搅拌的目的。一般具有控速和加热装置。

5. 电动搅拌器

电动搅拌器适用于非均相反应的搅拌之用，一般自带调速系统。经常保持仪器清洁干燥、防腐蚀和防潮。

6. 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减压设备。用于对真空度要求不高的减压体系中，广泛用于蒸发、蒸馏、过滤等操作中。

四、有机化学实验室常用工具书

进行有机化学反应实验之前，了解反应物和产物的性状和物理常数，这对于选择正确装置、预测实验结果和解释实验现象是至关重要的。因此，学习查阅辞典和手册是做好实验的一个重要环节。

1. 《化工辞典》(王箴主编，化学工业出版社，第四版，2000年)

本辞典主要解释化学工业中的原料、材料、中间体、产品、生产方法、化工过程、化工机械和化工仪表自动化等方面词目以及有关的化学基本术语词目。经过修订后的《化工辞典》第四版共收词 16000 余条，列出了物质分子式、结构式、基本物理常数等有关数据。

2. 《英汉化学化工词汇》(科学出版社，第四版，2000年)

本书介绍化学化工专业英汉对照词汇及有关的科技词汇。

3. 《汉译海氏有机化学辞典》

本书共四卷，是 Ivan Heibron:《Dictionary of Organic Compound》的中译本。收集 28000 个有机化合物的有关资料，条目内容有分子结构式、相对分子质量、来源、物理性质及化学性质、物理常数等。

4. 《化学化工药学大辞典》(黄天守编译，台北大学图书公司，1981年)

本书精选近万条化学、医药及化工等常用名词，按英文字母依序排列，每个名词内容包括组成、结构、性质、制法和用途等，书后附有 600 多个有机人名反应。

5. 《Handbook of Chemistry and Physics》

是一本英文的化学物理手册，从 1913 年出第一版，1995 年已出到 76 版。本手册提供了物质物理和化学方面的重要数据。全书共分六大部分，其中 C 部为有机化合物。C 部提供了有机化合物的名称、同义词和分子式、相对分子质量、旋光度、熔点、密度、折光率、溶解度等数据。

6. 《The Merck Index》(默克索引)

原为 Merck 公司的药品目录，现修改成类似化工辞典的书。收集了近一万种化学药品、药物和农药，内容包括分子式、结构式、物理常数、制备方法简介。

7. 《Internet 上的化学化工资源》(李晓霞、郭力编著，科学出版社，2000年)

重点介绍了获取 Internet 上的化学化工资源的主要工具和方法，系统介绍了 Internet 上与化学化工有关的数据库、软件、期刊、图书、会议信息、讨论组和新闻、专利、公司及网上贸易、学会及组织、教育等资源。

五、有机化学实验报告书写格式

实验操作结束后，总结进行的实验，分析实验中出现的問題，整理归纳结果，写出实验报告，这是有机化学实验重要的步骤之一。写实验报告要如实记录填写，实验操作步骤要用精炼的文字、缩写或符号表达，决不能照书抄。画实验装置图应准确。实验讨论的主要内容是实验成功或失败的原因，通过实验结果而得出的结论或规律，对实验存在问题和改进的建议等。

(一) 基本实验操作实验报告格式

实验名称 _____

1. 实验目的
2. 仪器装置
3. 主要试剂
4. 操作步骤及现象

(二) 有机化合物性质实验的实验报告格式

1. 实验名称 _____
2. 实验现象和解释

样品	试剂	现象	解释(反应式)

(三) 有机合成实验的实验报告格式

1. 实验名称 _____
2. 实验目的
3. 反应原理
4. 原料与产物的物理常数

名称	分子量	性状	熔点	沸点	相对密度	折光率	溶解度		
							水	乙醇	乙醚

5. 试剂用量及规格
6. 实验装置图
7. 实验步骤及现象
8. 产率计算
9. 讨论

(龙盛京)

第二章

有机化学实验

基本操作和实验技术

一、基本操作技能

(一) 加热与冷却

加热和冷却是促进或控制有机反应常用的手段,在进行有机化合物的反应时,常用热浴进行加热,用冷却剂进行冷却。

1. 加热

在室温下,某些反应难于进行或反应速度很慢。为了提高反应速度,需要在加热下进行反应。有机物质的蒸馏、升华等也需加热。下面介绍几种最常用的加热方法。

(1)直接加热:物料盛在金属容器或坩埚中时,可用火直接加热容器。玻璃仪器则要在石棉网上加热;如果直接用火加热,玻璃仪器因受热不均匀而破裂,其中的部分物料也可能由于局部过热而分解。

(2)水浴加热:加热温度不超过 100 时,最好用水浴加热。加热温度在 90℃以下时,可将盛物料的容器部分浸在水中(注意勿使容器接触水浴底部),调节火焰的大小,把水温控制在需要的范围以内。如果需加热到 100 时,可用沸水浴,也可把容器放在水浴的环上,利用水蒸气来加热。如欲停止加热,只要把浴底的火焰移开,水即停止沸腾,容器的温度就会很快下降。

(3)油浴加热:加热温度在 100~250 时,可以用油浴。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。容器内反应物的温度一般比油浴温度低 20 左右。

常用的油类有液体石蜡、豆油、棉子油、硬化油(例氢化棉子油)等。新用的植物油受热到 220 时,往往有一部分分解而易冒烟,所以加热以不超过 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,要特别当心,防止着火。当油的冒烟情况严重时,即应停止加热。万一着火,也不要慌张,可首先关闭煤气灯或热源开关,再移去周围易燃物,然后用石棉板盖住油浴口,火即可熄灭。油浴中应悬挂温度计,以便随时调节热源,控制温度。

加热完毕后，把容器提高油浴液面，仍用铁夹夹住，放置在油浴上面，待附着在容器外壁上的油流完后，用纸和干布把容器擦净。

(4)电热套加热：圆底烧瓶或三口烧瓶用大小相同的电热套加热十分方便和安全。用调压变压器来控制电热套，可任意调节加热的程度。电热套的电阻丝是用玻璃布包裹着的，加热过度会使玻璃布熔融变硬，容易碎裂。更不可让有机液体或酸、碱、盐溶液流到电热套中，那样将造成电阻丝的短路或腐蚀，使电热套损坏。

(5)沙浴加热：沙浴使用方便，可加热到 350°C ，一般用铁盘装沙，将容器半埋在沙中加热，沙浴的缺点是沙对热的传导能力较差，沙浴温度分布不均，且不易控制。因此，容器底部的沙层要薄些，使容器易受热；而容器周围的沙层要厚些，使热不易散失。沙浴中应插温度计以控制温度；温度计的水银球应紧靠容器。使用沙浴时，桌面要铺石棉板，以防辐射热烤焦桌面。

2. 冷却

放热反应进行时，常产生大量的热，它使反应温度迅速增高。如果控制不当，往往会引起反应物的蒸发，逸出反应器，也可能引起副反应，有时甚至会引起爆炸。为了把温度控制在一定范围内，就需要适当进行冷却。最简单的冷却方法是将盛有反应物的容器适时地浸入冷水浴中。

某些反应需在低于室温条件下进行，则可用水和碎冰的混合物作冷却剂，它的冷却效果比单用冰块高，因为它能和容器更好地接触。如果水的存在并不妨碍反应的进行，则可以把碎冰直接投入反应物中，这样能更有效地保持低温。

如果需要把反应混合物保持在 0°C 以下，常用碎冰（或雪）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（或雪）按一定比例均匀混合（见表 2-1）。

表 2-1 冰盐冷却剂的混合比例

盐 类	100 份碎冰(或雪)中加入盐的重量份数	混合物能达到的最低温度($^{\circ}\text{C}$)
NH_4Cl	25	-15
NaNO_3	50	-18
NaCl	33	-21
$\text{NaCl} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	100	-29
$\text{NaCl} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	143	-55

在实验室中，最常用的冷却剂是碎冰和食盐的混合物，它实际上能冷却到 $-5 \sim -18^{\circ}\text{C}$ 的低温。用固体的二氧化碳（“干冰”）和乙醇、乙醚、丙酮的混合物，可达到更低的温度（ $-50 \sim -78^{\circ}\text{C}$ ）。

(二) 干燥及干燥剂的使用

在有机化学实验中，常常需要除去产品中的水分、溶剂或是对原料进行干燥，液态物质，一般可用干燥剂来达到干燥的目的，固体一般通过晾干或干燥仪器来达到干燥的目的。

1. 液体的干燥

液体有机物的干燥通常是将干燥剂直接与之接触，因而所用的干燥剂必须不与该物

质发生反应且不溶于该液体之中。

常用的干燥剂有下列几类：和水发生反应生成另一稳定化合物的干燥剂，如五氧化二磷、氧化钙等；和水结合生成水合物的干燥剂，如氯化钙、硫酸镁、硫酸钠等；能吸收水的干燥剂如硅胶、分子筛等。

(1)常用的干燥剂

1) 无水氯化钙 (CaCl_2) 吸水能力大(在 30°C 以下形成 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，价格便宜，所以在实验室中广泛使用，但它吸水速度不快，干燥时间较长。适用于烃类、醚类化合物的干燥，但工业生产的氯化钙往往还含有少量的氢氧化钙，因此这一干燥剂不能用于酸或酸性物质的干燥，同时亦不适用于醇、酚、胺、酰胺、某些醛、酮及酯类等化合物的干燥，因为能与它们形成络合物。

2) 无水硫酸镁 (MgSO_4)：中性干燥剂，不与大多数有机化合物及酸性物质反应，价格适中，可干燥许多不能用氯化钙干燥的有机化合物。

3) 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：中性干燥剂，吸水能力很大，在 32.4°C 以下形成 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，使用范围很广。但它吸水速度较慢，且最后残留的少量水分不易被吸收，因此这一干燥剂常用于含水较多的初步干燥。

4) 无水硫酸钙 (CaSO_4)：高效中性干燥剂，吸水能力不大，常用于无水硫酸镁或无水硫酸钠干燥后的第二次干燥。

5) 无水碳酸钾 (K_2CO_3) 吸水能力一般，常形成 $\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，一般用于水溶性醇、酮、酯等的初步干燥，不能用于酸性物质的干燥。

6) 氢氧化钠 (NaOH)、氢氧化钾 (KOH)：能与许多有机物反应，同时也能溶于某些液体有机化合物中，因此它们的使用范围有限，一般用于胺类化合物的干燥。

7) 氧化钙 (CaO)：适用于低级醇的干燥，氧化钙及氢氧化钙均对热稳定，不挥发，不必先除去，可直接对醇进行蒸馏。但它具有碱性，所以不能用于酸性化合物和酯的干燥。

8) 金属钠 (Na)：适用于已初步干燥的醚、烷烃、芳烃和叔胺等有机化合物中微量水分的除去。操作时应将钠处理成钠片、钠珠或钠丝，干燥时有氢气放出，所以应在瓶塞中插入一无水氯化钙的干燥管，使氢气放空而水气不至于进入。干燥完毕应将残留的钠回收在煤油中保存，或以无水乙醇处理后弃去，切忌直接倒入回收容器中，以免发生事故。

现将各类液体有机物常用干燥剂(表 2-2)及常用干燥剂的主要性能(表 2-3)列表如下：

表 2-2 液态有机物常用干燥剂表

液态有机化合物	适用的干燥剂
烷烃、芳烃、醚	氯化钙、金属钠、五氧化二磷
醇类	碳酸钾、硫酸镁、硫酸钠、氧化钙
醛类	硫酸镁、硫酸钠
酮类	硫酸镁、硫酸钠、碳酸钾
有机酸、酚	硫酸镁、硫酸钠
酯类	硫酸镁、硫酸钠、碳酸钾

续表

液态有机化合物	适用的干燥剂
卤代烃	氯化钙、硫酸镁、硫酸钠、五氧化二磷
硝基化合物	氯化钙、硫酸镁、硫酸钠
胺类	氢氧化钠、氢氧化钾

(2)干燥剂的选择：选择干燥剂时，首先必须考虑干燥剂和被干燥物的化学性质，一般要求干燥剂与被干燥物之间不反应、不溶解。其次还要考虑干燥剂的干燥能力、干燥的速度、价格及干燥的程度等方面。

(3)操作方法：选用适量的合适干燥剂，加入盛有待干燥液体的锥形瓶中，密塞，振荡片刻，静置，视瓶壁上无粘附的干燥剂颗粒且溶液清亮无气泡后，将干燥剂与溶液分离。干燥剂的用量不能过多，否则由于固体干燥剂的表面吸附，被干燥物质会有较多的损失，如果干燥剂的用量太少，则加入的干燥剂便会溶解在所吸附的水中，在此情况下，可用吸管除去水层，再加入新的干燥剂。所用的干燥剂颗粒不要太大，但不能呈粉状，颗粒太大，表面积减少，吸水作用不大，粉状干燥剂在干燥过程中容易成泥浆状，分离困难。温度越低，干燥效果越大，所以干燥宜在室温下进行。一般每 10ml 液体约加 0.5~1g 干燥剂即可。

表 2-3 常用干燥剂性能

名称	分子式	干燥效率	吸水量	干燥速率	酸碱性	再生情况	适用于干燥的物质
氯化钙	CaCl ₂	0.14~0.36	大	较快	微碱性	在 200℃ 脱水再生	中性气体、氯化氢、二硫化碳、醛类、烷类、烯烃、硝基化合物、卤素衍生物、丙酮、酯类、醚类
硫酸钙	CaSO ₄	0.004	小	快	中性	在 163 脱水再生	普遍适用
氧化钙	CaO	0.2		慢	碱性	不能再生	醚类、胺类、醇类、中性气体、碱性气体、氨
五氧化二磷	P ₂ O ₅ P ₄ O ₁₀	0.00002	大	快	酸性	不能再生	酸性气体、乙炔、二硫化碳、烃类、卤素衍生物、中性气体、酯类、腈类
硫酸铜	CuSO ₄	1.3~2.8	大		微酸性	在 150 脱水再生	醇类、醚类
硫酸镁	MgSO ₄		大	较快	微酸性	在 200 脱水再生	酮类、酯类、普通适用
硫酸钠	Na ₂ SO ₄		大	慢	中性	烘干可再生	酮类、酯类、酚类、酸类、硝基化合物
氧化钡	BaO	0.0001~0.0007	大	慢	碱性	不能再生	中性气体、碱性气体、醇类、胺类、醚类、氨

续表

名称	分子式	干燥效率	吸水量	干燥速率	酸碱性	再生情况	适用于干燥的物质
浓硫酸	H ₂ SO ₄	0.003~ 0.3		快	酸性	经蒸发浓缩可再生	中性气体、酸性气体、卤代烃类
活性氧化铝	Al ₂ O ₃		大	快	中性	110~300℃烘干再生	
氢氧化钠	NaOH	0.0018~ 0.003	大		碱性	不能再生	醚类、胺类、氨、乙炔、烃类、碱类、腈类
碳酸钾	K ₂ CO ₃		中	较快	碱性	在100℃烘干再生	胺类、腈类、腈类、醇类、丙酮、卤素衍生物、酯类
熔融过的氢氧化钾	KOH	0.16	大	较慢	碱性	不能再生	碱类、胺类、烃类、腈类、醚类、氨
硅胶	SiO ₂	0.002	大	较快	酸性	在120℃烘干再生	干燥器用
分子筛		0.003~ 0.006 0.0001	大	快 较快	酸性	可烘干再生	温度在100℃以下的大多数流动气体、有机溶剂

注：干燥效率即在25℃时，将水蒸气饱和的空气以1~3L/h的速度通过干燥剂，1L空气中剩余的水分毫克数。剩余水分越少，干燥效率越高。

(4) 微量物质的干燥：由于微型有机化学实验中有时干燥的量很少，仅几十微升至1毫升左右，如直接用干燥剂干燥，干燥剂的吸附将占去很大比例，通常可用干燥柱干燥或共沸干燥法。干燥柱可用毛细滴管制作，将一小团棉花用干净的细铁丝塞入毛细滴管的细口，将30mg I级活性氧化铝和200mg合适的干燥剂均匀填入柱内，上盖一层滤纸，制成干燥柱（如图2-1）。干燥时，先用干燥溶剂湿润柱体，再将待干燥液体通过干燥柱，最后用少量干燥溶剂淋洗，将收集到的干燥液在温水浴中蒸去溶剂即得到干燥后的物质。这种干燥效果好、损失少，又能集干燥与柱色谱分离为一体。共沸干燥法，是利用某些有机化合物（如苯和甲苯）与水共沸时能形成共沸混和物的特点，加热蒸馏，在蒸出苯和甲苯的同时除去反应体系中的水分。

2. 固体的干燥

固体有机物在结晶（或沉淀）滤集过程中，常含有一些水分或有机溶剂。干燥时应根据被干燥固体有机物的特性和被除溶剂的性质选择合适的干燥方式。常见的干燥方式：

(1) 在空气中晾干：对热稳定性较差且不吸潮的固体有机物，或结晶中吸附有易燃和易挥发的溶剂如乙醚、石油醚、丙酮等时，应先放在空气中晾干，在空气中自然晾干是最简便、最经济的干燥方法。晾干时把干燥的物质先放在滤纸上或多孔的瓷板上压干，在滤纸上薄薄地摊开，另用一张滤纸覆盖其上，然后在空气中慢慢晾干。

(2)红外线干燥：红外灯和红外干燥箱是实验室常用的干燥固体物质的器具。它们都是利用红外线穿透能力强的特点，使水分或溶剂从固体内部的各部分蒸发出来。其干燥速度较快。红外灯通常是与变压器联用的，根据被干燥固体的熔点高低来调整电压，控制加热温度，以避免因温度过高而造成固体的熔融或升华。用红外灯干燥时需注意经常翻搅固体，这样既可加速干燥，又可避免“烤焦”。

(3)烘箱干燥：烘箱多用于对无机固体的干燥，特别是对干燥剂的焙烘或再生，如硅胶、氧化铝等。熔点高的不易燃有机固体也可用烘箱干燥，但必须保证其中不含易燃溶剂，而且要严格控制温度以免造成熔融或分解。

(4)真空干燥箱：当被干燥的物质数量较大时，可采用真空干燥箱。其优点是使样品维持在一定的温度和负压下进行干燥，干燥量大，效率较高。

(5)干燥器干燥：凡易吸潮、升华或在高温干燥时分解、变色的固体物质，可置于干燥器中干燥。用干燥器干燥时需使用干燥剂。干燥剂与被干燥固体同处于一个密闭的容器内但不相接触，固体中的水或溶剂分子缓缓挥发出来并被干燥剂吸收。因此对干燥剂的选择原则主要考虑其能否有效地吸收被干燥固体中的溶剂蒸气。表 2-4 列出了常用干燥剂可以吸收的溶剂，选择干燥剂时可参考。

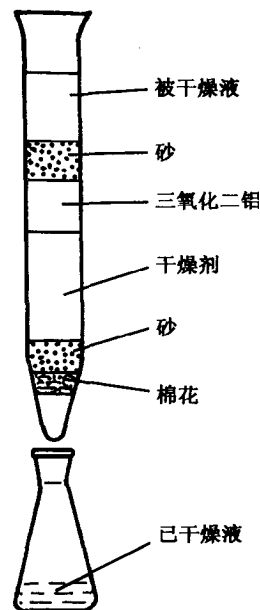


图 2-1 干燥柱

表 2-4 干燥固体的常用干燥剂

干燥剂	可以吸收的溶剂蒸气
CaO	水、醋酸或氯化氢
CaCl ₂	水、醇
NaOH	水、醋酸、氯化氢、酚、醇
浓 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

实验室中常用的干燥器有以下三种：

1)普通干燥器：是由厚壁玻璃制作的上大下小的圆筒形容器，在上、下腔接合处放置多孔瓷盘，上口与盖子以砂磨口密封。必要时可在磨口上加涂真空油脂。干燥剂放在底部，被干燥固体放在表面皿或结晶皿内置于瓷盘上。

2)真空干燥器（见图 2-2）：与普通干燥器大体相似，只是顶部装有带活塞的导气管，可接真空泵抽

真空，使干燥器内的压强降低，从而提高干燥速度。应该注意，真空干燥器在使用前一定要经过试压，试压时要用铁丝网罩住或用布包住以防破裂，使用时真空度不宜过高，一般在水泵上抽至盖子推不动即可。解除真空时，进气的速度不宜太快，以免吹散了样品。真空干燥器一般不宜用硫酸做干燥剂。因为在真空条件下硫酸会蒸发出部分蒸气。如果必须使用，则需在瓷盘上加入一盘固体氢氧化钾。所用硫酸应为密度为 1.84g/ml 的浓硫酸，并按照每 1 升浓硫酸 18g 硫酸钡的比例加入到硫酸中，当硫酸浓度降到 93% 时，有 BaSO₄ · 2H₂SO₄ · H₂O 晶体析出，再降至 84% 时，晶体过很细，即应更换硫酸。

3)真空恒温干燥器(干燥枪):对于一些在烘箱和普通干燥器中干燥或经红外线干燥还不能达到分析测试要求的样品,可用真空恒温干燥枪(如图 2-3)干燥,其优点是干燥效率高,尤其是除去结晶水和结晶醇效果好,使用前,应根据被干燥样品和除去溶剂的性质选好加热溶剂(溶剂沸点应低于样品熔点),将加热溶剂装进圆底烧瓶中。将装有样品的“干燥舟”放入干燥室,按上盛有五氧化二磷的曲径瓶,用水泵或油泵减压,加热使溶剂回流,溶剂的蒸气充满夹层,样品就在减压和恒温的干燥室内被干燥,每隔一定时间抽气一次,以便及时排除样品中挥发的溶剂蒸气。同时可使干燥室内保持一定的真空度,干燥完毕先去掉热源,待温度降至接近室温时,缓慢地解除真空,将样品取出置于普通干燥器中保存。真空恒温干燥器只适用于少量样品的干燥。

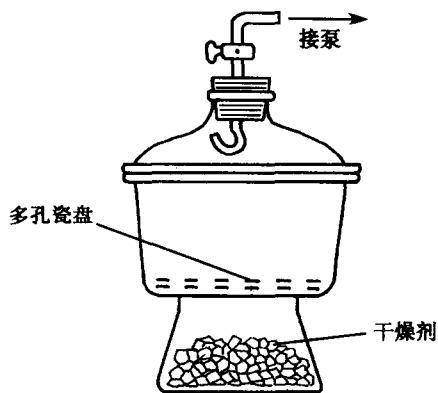


图 2-2 真空干燥器

干燥完毕先去掉热源,待温度降至接近室温时,缓慢地解除真空,将样品取出置于普通干燥器中保存。真空恒温干燥器只适用于少量样品的干燥。

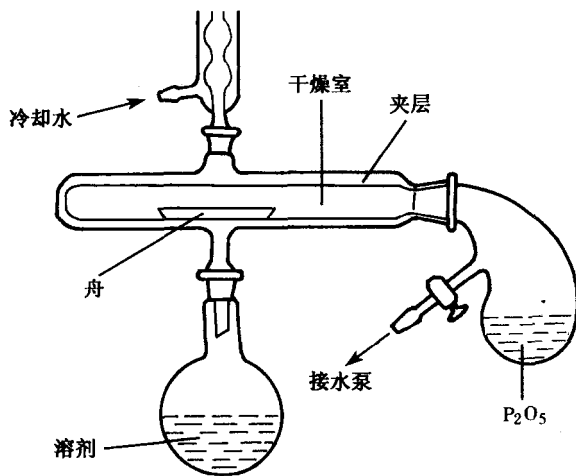


图 2-3 真空恒温干燥器(干燥枪)

(三) 搅拌与搅拌器

在非均相反应中,搅拌可增大相间接触面,缩短反应时间,在边反应边加料的实验中,搅拌可防止局部过浓、过热,减少副反应。所以搅拌在合成反应中有广泛的应用。

1. 手工搅拌

若反应时间不长,无有毒气体放出,且对搅拌速度要求不高,可在敞口容器(如烧杯)中用手工搅拌。一般情况下只可用玻璃棒而不能用温度计搅拌。

2. 电动搅拌

当反应需要进行较长时间,或有毒性气体放出,或需同时回流,或需按一定速率长时间持续滴加料液时,采用电动搅拌。电动搅拌由电动机、搅拌棒、搅拌头三部分组成。常见的电动搅拌的装置见图 2-4 所示。

电动机竖直安装在铁支架上,转速由调速器控制。转轴下端有扣接搅拌的螺旋套头。