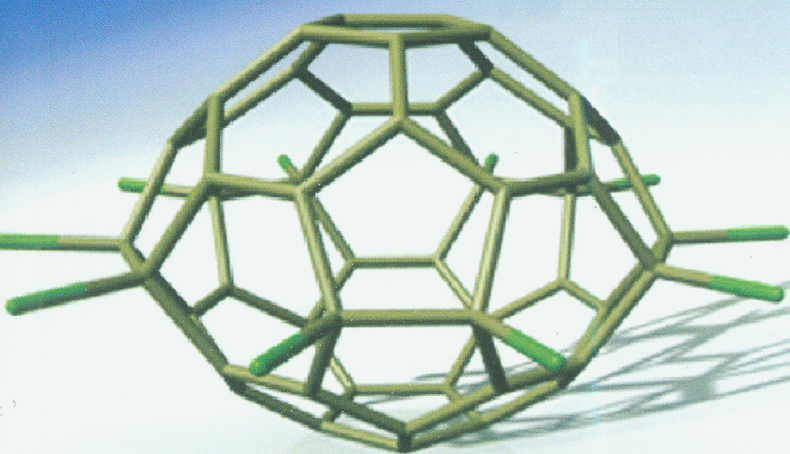


主 编 杨 华

副主编 孙定光 舒子斌 王 碧

有机化学实验



科学出版社

www.sciencep.com

有机化学实验

主 编 杨 华

副主编 孙定光 舒子斌 王 碧

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是根据高等院校有机化学实验的教学基本要求及多年的教学改革实践编写而成的。该书以小量规模实验为主,部分实验为半微量、微量实验,实验基本采用标准磨口玻璃仪器,大部分实验使用磁力加热搅拌器,也有少量实验使用电动搅拌,合成实验附有波谱图,供鉴定合成有机化合物用。

本书分为六个部分,包括有机化学实验的一般知识、有机化学实验的基本操作、有机化合物制备、高分子合成实验、天然有机化合物的提取和有机化合物的性质实验,书末附有常用的实验参考数据供查阅。

本书可作为普通高等学校化学、应用化学、材料、环境化学、生物等专业的教材。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/杨华主编. —北京:科学出版社, 2009
ISBN 978-7-03-024265-5

I.有… II.①杨… III.有机化学—化学实验
IV.Q62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 038336 号

责任编辑:韩卫军 于楠 封面设计:陈思思

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

四川煤田地质制图印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2009 年 4 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16
2009 年 4 月第一次印刷 印张: 12 1/2
印数: 1-2200 字数: 300 千字

定价: 25.00 元

有 机 化 学 实 验

编 委 会

主 编：杨 华

副主编：孙定光 舒子斌 王 碧

编 委：赖 欣 汪必琴 戴汉松 冯 春

杨泽林 李树伟 罗寿樨 张成刚

唐天君 周 燕 王志国 刘诗曼

前 言

近年来随着有机新反应、新技术和新合成方法的不断涌现,以及现代分析手段在有机化学领域中的广泛应用,有机化学实验的教学内容已经发生了较大变化,目前高等学校的教学仪器及设备也在不断地更新。针对这些情况,我们在原有实验讲义的基础上经过多年的教学改革实践,参阅了大量的国内外相关书籍,编写了此教材。

本书由六个部分组成,第一部分为有机化学实验的一般知识,除介绍一般实验知识外,还简要介绍了一些国内外较新的有机化学方面的文献、文摘、手册、词典、实验参考书、网络资源及其查阅方法;第二部分为有机化学实验的基本操作,对基本操作的原理作了详细的介绍,并编入基本操作的具体实验步骤,方便教学和学生使用。由于现代分析技术在有机化学领域中已成为分析和鉴定有机化合物的主要手段,因此对色谱分离技术(薄层色谱、柱色谱、纸色谱、气相色谱、液相色谱)、波谱分析技术(红外吸收光谱、紫外吸收光谱、核磁共振谱)作了简介,并在有机化合物制备中对合成的产物列出其红外光谱谱图和核磁共振氢谱谱图,便于学生学习有关的波谱知识;第三部分有机化合物制备,除编入一些经典的实验外,还加入了一些新的制备实验、多步骤合成实验、综合性实验,选择实验除考虑尽可能覆盖不同的化合物和不同的反应类型外,还考虑采用小量化的实验,试剂、溶剂、产品尽可能选用无毒或低毒的化合物以符合目前国内外绿色环保的要求。第四部分高分子合成实验,选择了溶液聚合、乳液聚合、本体聚合等不同反应类型的四个高分子合成实验,供选用;第五部分天然有机化合物的提取;第六部分有机化合物的性质实验;最后附有元素相对原子量、常用有机试剂的纯化、水的蒸气压力表、常用试剂的共沸混合物、常用酸碱溶液的密度、常见有机化合物物理常数等,以供查阅。

参加本书编写和实验校核工作的有杨华、孙定光、舒子斌、王碧、赖欣、汪必琴、戴汉松、冯春、杨泽林、李树伟、罗寿樨、张成刚。全书插图由吴宝虎绘制。

由于编者的水平和编写时间的限制,错误和遗漏在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

目 录

1 有机化学实验的一般知识	(1)
1.1 有机化学实验目的	(1)
1.2 有机化学实验规则	(1)
1.3 实验室的安全	(2)
1.4 普通实验室仪器设备及简介	(7)
1.5 仪器的清洗、干燥和塞子的配置	(15)
1.6 有机反应的常用装置	(16)
1.7 实验预习、记录和实验报告	(22)
1.8 手册的查阅及有机化学文献简介	(26)
2 有机化学实验的基本操作部分	(34)
2.1 有机化合物物理常数的测定	(34)
2.1.1 微量法测物质的熔点、沸点	(34)
实验 1 二苯胺、苯甲酸熔点测定, 乙醇沸点测定	(36)
2.1.2 折光率的测定	(39)
实验 2 乙醇、乙酸乙酯折光率测定	(41)
2.1.3 旋光度测定	(42)
实验 3 D-葡萄糖、乳酸(发酵)的比旋光度测定	(43)
2.2 液体有机化合物的分离和提纯	(44)
2.2.1 蒸馏	(44)
实验 4 工业酒精的蒸馏	(46)
实验 5 一溴环己烷与环己烷的分离	(47)
2.2.2 水蒸气蒸馏	(47)
实验 6 邻硝基苯酚的水蒸气蒸馏	(49)
实验 7 溴苯的水蒸气蒸馏	(49)
2.2.3 减压蒸馏	(50)

实验 8 乙酰乙酸乙酯的蒸馏	(53)
实验 9 苯甲醛、呋喃甲醛或苯胺的蒸馏	(53)
2.2.4 简单分馏	(54)
实验 10 甲醇和水的分馏	(56)
实验 11 正己烷与环己烷的分离	(56)
2.3 萃取及干燥 (液体物质)	(57)
实验 12 三组分混合物的萃取	(61)
实验 13 正溴丁烷的洗涤纯化	(61)
实验 14 用乙酸乙酯从苯酚水溶液中萃取苯酚	(62)
2.4 固体有机化合物的提纯方法	(62)
2.4.1 重结晶及过滤, 干燥 (固体物质)	(62)
实验 15 苯甲酸的重结晶	(67)
实验 16 乙酰水杨酸的重结晶	(68)
2.4.2 升华	(69)
实验 17 樟脑的升华	(70)
实验 18 萘的减压升华	(70)
2.5 色谱分离技术	(71)
2.5.1 薄层色谱	(72)
实验 19 薄层色谱实验	(73)
2.5.2 柱色谱	(74)
实验 20 柱层析	(75)
2.5.3 纸色谱	(77)
实验 21 纸色谱实验	(77)
2.5.4 气相色谱法	(78)
实验 22 气相色谱法测定乙酸乙酯	(80)
2.5.5 液相色谱	(80)
2.5.6 高效液相色谱-质谱	(82)
2.6 波谱分析技术	(85)
2.6.1 红外吸收光谱	(85)
2.6.2 紫外吸收光谱	(90)
2.6.3 核磁共振谱	(93)
3 有机化合物制备	(103)
3.1 烯烃 (olefines) 的制备	(103)
实验 23 2-甲基-2-丁烯 (2-methyl-2-butene) 的制备	(103)
实验 24 环己烯 (cyclohexene) 的制备	(105)

3.2 卤代烃 (alkylhalides) 的制备	(106)
实验 25 正溴丁烷 (normal butylbromide) 的制备	(106)
3.3 醇 (alcohols) 的制备	(108)
实验 26 苯甲醇 (benzyl alcohol) 的制备	(109)
实验 27 2-呋喃甲醇 (furfuryl alcohol) 及呋喃甲酸的制备	(110)
3.4 醚 (ethers) 的制备	(113)
实验 28 β -萘乙醚 (β -naphthol ethyl ether) 的制备	(113)
实验 29 β -萘酚正丁基醚 (β -naphthol normal butyl ether) 的制备	(115)
实验 30 苯乙醚 (phenetole) 的制备	(115)
3.5 酮 (ketones) 的制备	(116)
实验 31 苯乙酮 (acetophenone) 的制备	(117)
3.6 羧酸 (carboxylic acids) 的制备	(118)
实验 32 苯甲酸 (benzoic acid) 的制备	(119)
实验 33 己二酸 (hexanedioic acid) 的制备	(120)
实验 34 肉桂酸 (cinnamic acid) 的制备	(122)
3.7 羧酸衍生物的制备	(123)
实验 35 乙酸乙酯 (ethyl acetate) 的制备	(124)
实验 36 阿司匹林 (aspirin) 的制备	(126)
实验 37 乙酰苯胺 (acetanilide) 的制备	(127)
3.8 芳香胺 (aromatic amines) 的制备	(129)
实验 38 苯胺 (aniline) 的制备	(129)
3.9 芳香族磺酸的制备	(131)
实验 39 对氨基苯磺酸 (p-aminobenzenesulfonic acid) 的制备	(131)
3.10 重氮盐的制备及其反应	(132)
实验 40 甲基橙 (methyl orange) 的制备	(132)
3.11 杂环化合物的合成	(133)
实验 41 8-羟基喹啉的合成	(133)
实验 42 乙酰乙酸乙酯 (ethyl acetoacetate) 的制备	(135)
实验 43 2-庚酮 (2-heptanone) 的制备	(137)
3.13 葡萄糖酯的制备 (糖的酯化及异构化)	(138)
实验 44 α -五乙酸葡萄糖酯 (α -penta-o-acetyl gluconate) 的制备	(139)
实验 45 β -五乙酸葡萄糖酯 (β -penta-o-acetyl gluconate) 的制备	(139)
实验 46 β -五乙酸葡萄糖酯转化为 α -五乙酸葡萄糖酯	(140)
3.14 综合性实验	(140)
实验 47 毛发水解	(140)

4 高分子合成实验	(143)
4.1 脲醛树脂	(143)
实验 48 脲醛树脂的合成	(144)
4.2 聚醋酸乙烯酯乳液	(145)
实验 49 聚醋酸乙烯酯乳液的合成	(146)
4.3 本体聚合制有机玻璃	(147)
实验 50 有机玻璃的合成	(149)
4.4 聚乙烯醇缩甲醛	(149)
实验 51 聚乙烯醇缩甲醛的合成	(150)
5 天然有机化合物的提取	(151)
5.1 从茶叶中提取咖啡因	(152)
实验 52 从茶叶中提取咖啡因	(153)
5.2 橙油的提取	(154)
实验 53 橙油的提取	(154)
5.3 黄连素的提取	(155)
实验 54 从黄柏皮中提取黄连素	(155)
实验 55 用索氏提取器从黄连中提取黄连素	(156)
5.4 胆红素的提取	(156)
实验 56 胆红素的提取	(157)
6 有机化合物的性质实验	(159)
6.1 芳烃的性质	(159)
实验 57 芳烃的性质实验	(159)
6.2 卤代烃的性质	(161)
实验 58 卤代烃的性质实验	(161)
6.3 醇、酚的性质	(161)
实验 59 醇、酚的性质实验	(161)
6.4 醛、酮的性质	(163)
实验 60 醛、酮的性质实验	(163)
6.5 羧酸及其衍生物的性质	(164)
实验 61 羧酸及其衍生物的性质实验	(164)
6.6 糖的性质	(166)
实验 62 糖的性质实验	(166)
6.7 蛋白质的性质	(168)

实验 63 蛋白质的性质实验	(168)
附 录	(170)
附录 1 常用元素相对原子量表	(170)
附录 2 化学试剂纯度的分级	(170)
附录 3 常用有机试剂的纯化	(171)
附录 4 水的蒸气压力表 (0~100℃)	(173)
附录 5 常用试剂的共沸混合物	(173)
附录 6 常用酸碱溶液的密度及百分比表	(174)
附录 7 常用有机化合物物理常数表	(177)
附录 8 有机化合物的分子式索引	(182)
附录 9 有机化学文献和手册中常见的英文缩写	(187)
参考文献	(190)

1 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验目的

有机化学实验是化学学科的一个组成部分。尽管由于现代科学技术突飞猛进，使有机化学从经验科学走向理论科学，但它仍是以实验为基础的科学，特别是新的实验手段的普遍应用，使有机化学面貌焕然一新，在化学专业教学计划中，有机化学实验占的学时比重很大。学生通过实验操作，现象观察，化合物制备，分离提纯到鉴定的过程，可达到以下目的：

1. 使学生在有机化学实验的基本操作方面获得较全面的训练。
 2. 配合课堂讲授，验证加深和巩固扩大课堂讲授的基本理论和知识。
 3. 培养学生正确观察、精密思考和分析、以及诚实记录的科学态度、方法和习惯。
- 为此，必须努力提高实验教学质量。

1.2 有机化学实验规则

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验室作风，学生必须遵守下列实验室规则：

1. 实验前应做好一切准备工作，如复习教材中有关的章节，预习实验指导书等，做到心中有数，防止实验时边看边做，降低实验效果。还要充分考虑防止事故的发生和发生后所采用的安全措施。

2. 进入实验室时，应熟悉实验室及其周围的环境，熟悉灭火器材、急救药箱的使用和放置地方。严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应报请老师处理。

3. 实验室中应保持安静和遵守纪律。实验时，精神要集中、操作要认真、观察要细致、思考要积极。不得擅自离开，要安排好时间。要如实地认真做好实验记录，不准用散页纸记录，以免散失。

4. 遵从教师的指导，严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。学生若有新的见解或建议要改变实验步骤和试剂规格及用量时，须征得老师同意后，才可改变。

5. 实验台面和地面要经常保持整洁，暂时不用的器材，不要放在台面上，以免碰倒损坏。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯、坏塞子和玻璃碎屑等，应分别放入

指定的地方，不要乱抛乱丢，更不得丢入水槽，以免堵塞下水道。

6. 要爱护公物。公共器材用完后，须整理好并放回原处。如有损坏仪器要办理登记换领手续。要节约水、电及消耗性药品，严格控制药品的用量。

7. 学生轮流值日。值日生应负责整理公用器材，打扫实验室，倒净废物缸，检查水、电并关好门窗。

1.3 实验室的安全

常用的化学药品，根据其危险性质，可以大致分为易燃、易爆炸和有毒三类。

1. 易燃化学药品

可燃气体：乙胺、氯乙烷、乙烯、一氧化碳、氢、硫化氢、甲烷、氯甲烷、二氧化硫等。

易燃液体：汽油、乙醚、乙醛、二硫化碳、石油醚、苯、甲醇、乙醇、丙酮、甲苯、二甲苯、乙酸乙酯等。

易燃固体：红磷、三硫化二磷、萘、镁、铝粉等。

自燃物质：黄磷等。

(1) 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的，着火是有机实验室常见的事故。防火的基本原则有以下几点，必须充分注意。

1) 操作易燃溶剂时要特别注意：

①应远离火源。

②切勿将易燃溶剂放在广口容器如烧杯内直火加热。

③加热必须在水浴中进行，切勿使容器密闭，否则，会造成爆炸。当附近有露置的易燃溶剂时，切勿点火。

2) 在进行易燃物质试验时，应养成先将酒精一类易燃的物质搬开的习惯。

3) 蒸馏易燃的有机物时，装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因，若因塞子被腐蚀时，则待冷却后，才能换掉塞子；若漏气不严重时，可用石膏封口，但是不能用蜡涂口，因为蜡熔化的温度不高，受热后，很容易熔融，不仅起不到密封的作用，还会被溶解于有机物中，又会引起火灾，所以用蜡涂封不但无济于事，还往往引起严重恶果。从蒸馏装置接收瓶出来的尾气的出口应远离火源，最好用橡皮管引到室外去。

4) 回流或蒸馏易燃低沸点液体时，应注意：

①应放数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管，以防止暴沸，若在加热后才发觉未放入沸石这类物质时，决不能急躁，不能立即揭开瓶塞补放，而应停止加热，待被蒸馏的液体冷却后才能加入。否则，会因暴沸而发生事故。

②严禁直接加热。

③瓶内液量最多只能装至半满。

④加热速度宜慢，不能快，避免局部过热。总之，蒸馏或回流易燃低沸点液体时，一定要谨慎从事，不能粗心大意。

⑤用油浴加热蒸馏或回流时，必须注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅

到热源上而引起火灾的危险，通常发生危险的原因，主要是由于橡皮管套进冷凝管的侧管上不紧密，开动水阀过快，水流过猛把橡皮管冲出来，或者由于套不紧而漏水，所以要求橡皮管套入侧管时要很紧密，开动水阀也要慢动作使水流慢慢通入冷凝管中。

⑥当处理大量的可燃性液体时，应在通风橱中或在指定地点进行，室内应无火源。

⑦不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱掷，也不得丢入废物缸中。否则，很容易发生危险事故。

(2) 火灾的处理

一方面防止火势扩展，立即关闭煤气灯，熄灭其他火源，拉开室内总电闸，搬开易燃物质。

另一方面灭火。有机化学实验室灭火，常采用使燃着的物质隔绝空气的办法，通常不能用水。否则，反而会引起更大火灾。在失火初期，不能口吹，必须使用灭火器、砂、毛毡等。若火势小，可用数层湿抹布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内着火（如烧杯或烧瓶内）可盖上石棉板使之隔绝空气而熄灭，决不能用口吹。

如果油类着火，要用砂或灭火器灭火。也可撒上干燥的固体碳酸钠或碳酸氢钠粉末，就能扑灭。

如果电器着火，必须先切断电源，然后才用灭火器扑灭。

如果衣服着火，应立即在地上打滚，盖上毛毡或棉胎一类东西，使之隔绝空气而灭火。

总之，当失火时，应根据起火的原因和火场周围的情况，采取不同的方法扑灭火焰。无论使用哪一种灭火器材，都应从火的四周开始向中心扑灭。

2. 易爆炸化学药品

(1) 易爆炸化学药品

许多放热反应一开始之后，就以较高速度进行，生成大量的气体，而引起猛烈的爆炸，造成事故，有时伴随着发生燃烧。

气体混合物反应速度随成分而异，当反应速度达到一定时，即将引起爆炸，如氢气与空气或氧气混合达一定比例，遇到火焰就会发生爆炸，乙炔与空气亦可成爆炸混合物。汽油、二硫化碳、乙醚的蒸气与空气相混，亦可因一小火花或电花导致爆炸。

我们经常使用的乙醚，不但其蒸气能与空气或氧混合，形成爆炸混合物，同时由于光线或氧的影响，可被氧化成过氧化物，其沸点较乙醚高。在蒸馏乙醚时，其浓度渐高，最后发生爆炸。所以无论是什么规格乙醚，取用时均须先检定其中是否含有过氧化物。如果含有过氧化物，加入等体积 2% 碘化钾醋酸溶液，会游离出碘，使淀粉溶液变紫色或蓝色。将新配制好的硫酸亚铁溶液，加入约 1/5 体积，并剧烈振荡，可破坏过氧化物。过氧化物存在不但发生爆炸，亦将影响实验，发生副反应。此外如二氧六环、四氢呋喃，亦可因产生过氧化物，而引起爆炸。

一般来说，易爆炸物质的组成中，大多含有以下原子团：

—O—O—	臭氧、过氧化物
—O—Cl	氯酸盐、高氯酸盐
—N—Cl	氮的氯化物
—N=O	亚硝基化合物

—N=N—	重氮及叠氮化合物
—N=C	雷酸盐
—NO_2	硝基化合物（三硝基甲苯、苦味酸盐）
$\text{—C}\equiv\text{C—}$	乙炔化合物（乙炔金属盐）

单独自行爆炸的有：高氯酸胺、硝酸铵、浓高氯酸、雷酸汞、三硝基甲苯……

混合发生爆炸的有：

- ①高氯酸+酒精或其他有机物。
- ②高锰酸钾+甘油或其他有机物。
- ③高锰酸钾+硫酸或硫。
- ④硝酸+镁或碘化氢。
- ⑤硝酸铵+酯类或其他有机物。
- ⑥硝酸铵+锌粉+水滴。
- ⑦硝酸盐+氯化亚锡。
- ⑧过氧化物+铝+水。
- ⑨硫+氧化汞。
- ⑩金属钠或钾+水。

氧化物与有机物接触，极易引起爆炸。在使用浓硝酸、高氯酸、过氧化氢等时，必须特别注意。

(2) 爆炸的预防

在有机化学实验里一般预防爆炸的措施如下：

- 1) 蒸馏装置必须正确。否则，往往有发生爆炸的危险。
- 2) 切勿使易燃易爆的气体接近火源，有机溶剂如乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混时极为危险，可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。
- 3) 使用乙醚时，必须检查有无过氧化物存在，如果发现有过氧化物存在，应立即用硫酸亚铁除去过氧化物，才能使用。
- 4) 对于易爆炸的固体，如重金属乙炔化合物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击，以免引起爆炸，对于危险的残渣，必须小心销毁，例如，重金属乙炔化物，可用浓盐酸或浓硝酸使它分解，重氮化合物可加水煮沸使它分解等等。
- 5) 卤代烷勿与金属钠接触，因反应太猛会发生爆炸。

3. 有毒化学药品

我们日常接触的化学药品，有个别的是剧毒品，使用时必须十分谨慎；有的药品经长期接触或接触过多后，会产生急性或慢性中毒，影响健康。但在提高警惕，加强防护措施下，中毒是完全可以避免的。

(1) 有毒化学药品浸入人体途径

1) 由呼吸道吸入：有毒气体及有毒药品蒸气经呼吸道侵入人体，经血液循环而至全身，产生急性或慢性全身性中毒，所以有毒实验必须在通风橱内进行，并经常注意室内空气流通。

2) 经由消化道侵入：这种情况不多，但在用吸管时，必须注意，不得用口吸，必须用橡皮球。任何药品均不得用口尝味，不在实验室内进食，不用实验用具煮食，下

班时必须洗手，工作服不穿到食堂、宿舍去。

3) 经由皮肤黏膜侵入：眼睛的角膜对化学药品非常敏感，因此药品对眼睛危害性严重。进行实验时，必须戴防护眼镜。一般来说，药品不易透过完整的皮肤，但经长久接触或皮肤有伤口时是很容易侵入的。同时沾污了的手取食或抽烟，均能将其带入体内。化学药品如浓酸、浓碱对皮肤能造成化学灼伤。某些导致全身中毒，或危害皮肤，引起过敏性皮炎，所以在实验操作时，当注意勿使药品直接接触皮肤，必要时可戴手套。

(2) 有毒化学药品

1) 有毒气体：如溴、氯、氟、氢氰酸、氟化氢、溴化氢、氯化氢、二氧化硫、硫化氢、光气、氨、一氧化碳均为窒息性或具刺激性气体。在使用以上气体或进行有以上气体产生的实验，应在通风良好的通风橱中进行。对有毒气体须设法吸收应用（如溴化氢）。如遇大量气体逸至室内，应立即关闭气体发生器，开窗以流通空气，并迅速停止一切实验，停火、停电并离开现场。如遇中毒，可立即抬至空气流通处，静卧、保温，必要时施行人工呼吸或给氧，并请医生治疗。

2) 强酸和强碱：硝酸、硫酸、盐酸、氢氧化钠、氢氧化钾，均刺激皮肤，有腐蚀性，造成化学烧伤。吸入强酸烟雾，刺激呼吸道。使用时应备加小心。

① 储存碱的瓶子不能用玻璃塞，以免腐蚀。

② 取碱、碎碱时必须戴防护眼镜及手套。配制碱液时，必须在烧杯中进行，不能在小口瓶或量筒中进行。以防容器受热破裂造成事故。

③ 稀释硫酸时，必须将硫酸缓慢倒入水中，并随同搅拌，且不要在不能耐热的厚玻璃器皿中进行。

④ 取用酸和碱时，不得用口吸管，必须用量筒或滴管。如遇酸碱等腐蚀药品洒在地上或桌面，可先用沙或土吸附除去而后用水冲洗。切不能用纸片、木屑、干草去除强酸。

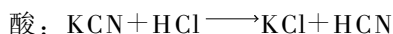
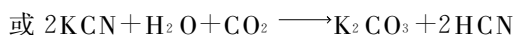
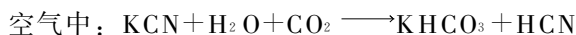
⑤ 开启氨水时，必事先冷却，瓶口朝无人处，最好在通风橱内进行。

⑥ 如遇皮肤和眼睛受伤，可速先用水冲。如是受酸损伤，即用 3% 碳酸氢钠溶液洗。

(3) 无机化学药品

1) 氰化物及氢氰酸：毒性极强，致毒作用极快，空气中氰化氢含量达 3/10000，即可数分钟内致人死亡；内服极少量氰化物，亦可很快中毒死亡。取用时，须特别注意。

① 氰化物必须密封保存，因其易发生以下变化：

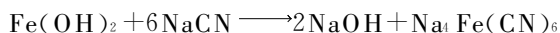
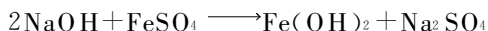


② 要有严格的领用保管制度，取用时必须戴口罩，防护眼镜及手套，手上有伤口时不得进行该项实验。

③ 弄碎氰化物时，必须用有盖研钵，在通风橱内进行（不抽风）。

④使用过的仪器、桌面均应亲自收拾、用水冲净；手及脸也应仔细洗净；工作衣可能玷污，必须及时换洗。

⑤氰化物的销毁方法：使其与亚铁盐在碱性介质中作用生成亚铁氰酸盐。



2) 汞：在室温下即能蒸发，毒性极强，能致急性中毒或慢性中毒。使用时必须注意通风。提纯和处理，必须在通风橱内进行。防止泼翻汞，如果泼翻，可用水泵减压收集；分散小粒，可用硫粉，锌粉或三氯化铁溶液清除。

3) 溴：溴液可致皮肤烧伤，蒸气刺激黏膜，甚至可使眼睛失明。应用时须在通风橱内进行，盛溴玻璃瓶须密塞后放在金属罐中，安置在妥当地方，以免撞倒或打破。如泼翻或打破，应立即用沙掩埋。如皮肤烧伤即用稀乙醇洗或多量甘油按摩，然后涂以硼酸凡士林。

4) 金属钠、钾：遇水即发生燃烧爆炸。故使用时必须戴防护眼镜，以免进入眼内引起严重后果。平时应保存在液体石蜡或煤油中，装入铁罐中盖好，放在干燥处。不能放在纸上称取，必须放在液体石蜡或煤油中称取。

5) 黄磷：极毒。切不能用手直接取用，否则将引起严重持久烫伤。

(4) 有机化学药品

1) 有机溶剂：有机溶剂均为脂溶性液体，对皮肤黏膜有刺激作用，对神经系统有选择作用。如苯，不但刺激皮肤，易引起顽固湿疹，对造血系统及中枢神经系统均有严重损害。再如甲醇对视神经特别有害。同时大多数有机溶剂蒸气易燃。在条件许可情况下，最好用毒性较低的石油醚、醚、丙酮、二甲苯代替二硫化碳、苯和卤代烷类。使用时注意防火，室内空气流通。一般用苯提取，应在通风橱内进行。决不能用有机溶剂洗手。

2) 硫酸二甲酯：吸入及皮肤吸收均可中毒，且有潜伏期，中毒后呼吸道感到灼痛，对中枢系统影响大。滴在皮肤上能引起坏死、溃疡，恢复慢。

3) 苯胺及苯胺衍生物：吸入或皮肤吸收均可致中毒。慢性中毒引起贫血，且其影响持久。

4) 芳香硝基化合物：化合物中硝基愈多毒性愈大，在硝基化合物中增加氯原子，亦将增加毒性。这类化合物的特点是能迅速被皮肤吸收，中毒后引起顽固性贫血及黄疸病，刺激皮肤引起湿疹。

5) 苯酚：能够灼伤皮肤，引起坏死或皮炎，皮肤被沾染应立即用温水及稀酒精清洗。

6) 生物碱：大多数具强烈毒性，可通过皮肤吸收，少量即可导致危险中毒，甚至死亡。

7) 对致癌物的注意：很多的烷化剂，长期摄入有致癌作用，应予注意。其中包括硫酸二甲酯、对甲苯磺酸甲酯、N-甲基-N-亚硝基脲素、亚硝基二甲胺、偶氮乙烷以及一些丙烯酯类等。一些芳香胺类，由于在肝脏中经代谢而生成N-羟基化合物而具有致癌作用，其中包括2-乙酰氨基苄、4-乙酰氨基联苯、2-乙酰氨基苯酚、2-萘胺、4-二甲氨基偶氮苯等。部分稠环芳香烃化合物，如3,4-苯并蒽、1,2,5,6-二苯并蒽和9-及

10-甲基-1,2-苯并蒽等都是致癌物，而 9,10-二甲基-1,2-苯并蒽则属于强致癌物。

使用有毒药品时必须小心，不懂多问。不要沾污皮肤、吸入蒸气及溅入口中。最好在通风橱内进行工作，戴防护眼镜及手套，小心开启瓶塞及安瓿，以免破损泼倒。使用过的仪器，必须亲自冲洗干净，残渣废物须丢在废物缸内。经常保持实验室及实验台面整洁，也是避免发生事故的重要措施。进食前必须洗手，手上经常抹少许油脂，保持皮肤润滑，对保护皮肤也很有好处。

8) 气体钢瓶：常用的气体钢瓶，易燃易爆的有氧、氢、乙炔等；有毒的有氯、二氧化碳、氨及光气等。故必须标记清楚，存放在阴凉处，竖立，防止撞击，最好不放在实验室内。不用时必须装上帽盖，搬运时必须用车推，不许在地面上滚。有毒气体须在通风橱内进行实验，并保持室内空气流通。氧及乙炔瓶阀上必须保持没有油脂性物质。氢及氧表不得混用。开启时必须由小渐大，调节好速度后再使用。如遇氢及可燃气体钢瓶周围着火或发热，应立即将火焰熄灭，关闭钢瓶阀门，用水将瓶周围冷却。氯气钢瓶漏气时，速移至下风处，用水喷射或放在水槽内。

1.4 普通实验室仪器设备及简介

1. 常用的玻璃仪器

(1) 普通仪器（见图 1.1）

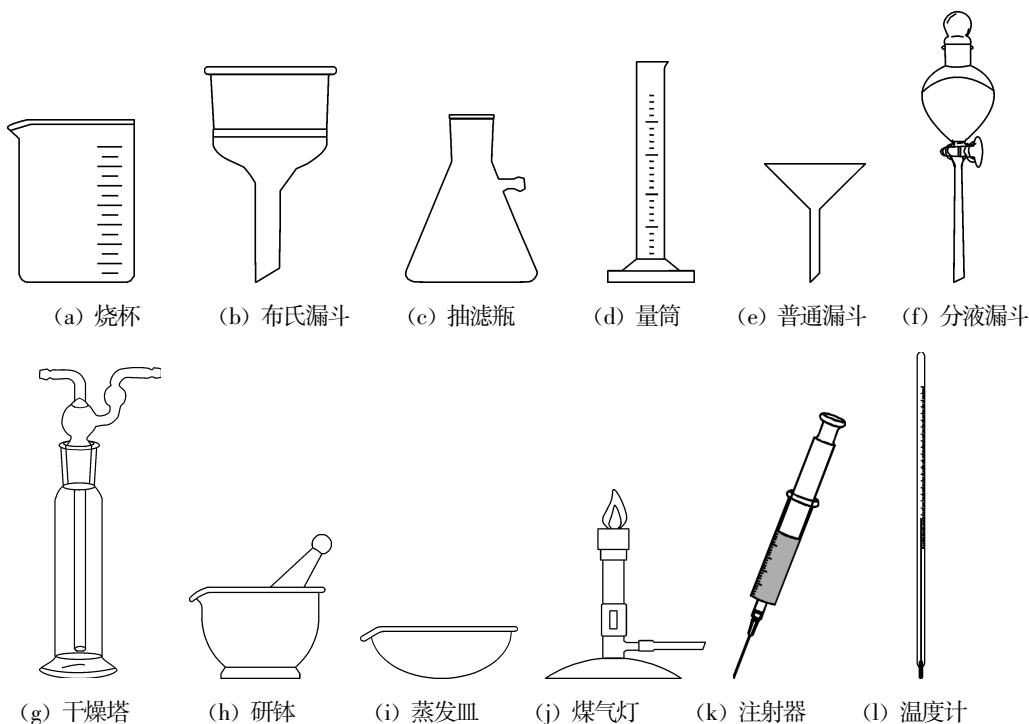


图 1.1 普通有机化学实验仪器

(2) 磨口仪器 (见图 1.2)

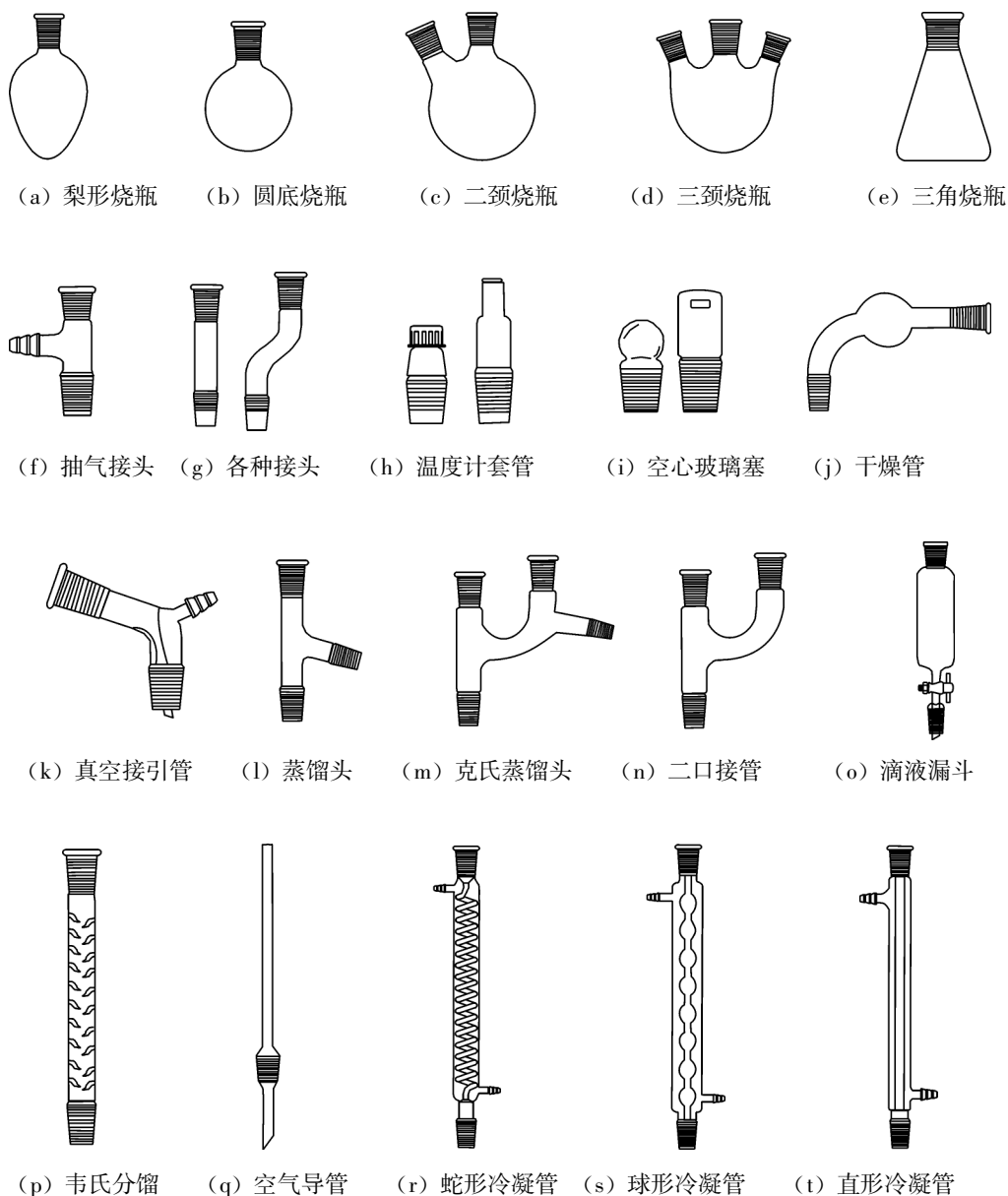


图 1.2 常用磨口仪器

(3) 有机化学实验常用仪器的应用范围

温度计不能当作搅拌棒使用,也不能用于测量超过其刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却,不可直接用水冲洗,以防炸裂。在用浓硫酸作浴液来测有机化合物的熔点和沸点后,应待其自然冷却后才用废纸把温度计上的浓硫酸拭净,再用水洗,否则沾有浓硫酸的温度计遇水发热会使温度计炸裂。常用仪器的应用范围见表 1.1。

带活塞的玻璃仪器在使用时应在活塞上涂薄薄一层凡士林,以免漏液(但不可涂得太多,以免玷污反应物或产物)。使用后应洗净,并在活塞与磨口间垫上纸片,以免久塞后粘住。不要把活塞塞好放入烘箱内烘干,这样取出后常会粘住。若已粘住可在活塞

四周涂上润滑剂后用电吹风吹热，或置于冷水浴中，加热煮沸一段时间，再设法打开。

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、回流冷凝管和温度计等	
冷凝管	用于蒸馏与回流	
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	
接引管	用于常压蒸馏	
真空接引管	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时，可使液体顺利滴加	
分液漏斗	用于液体的萃取与分离	也可用于滴加液体
锥型瓶	用于储存液体，混合溶液及小量溶液的加热	不能用于减压蒸馏
烧杯	用于加热溶液，浓缩溶液及液体转移与混合	
量筒	量取液体	切勿用火直接加热
抽滤瓶	用于减压过滤	不能用火直接加热
布氏漏斗 (Büchner funnel)	用于减压过滤	瓷质
瓷板漏斗 (Hirsch funnel)	用于减压过滤	瓷质，瓷质板为活动圆孔板
熔点管 (Thiele tube)	测量熔点	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	

现在有机化学实验室中，标准口玻璃仪器的使用已十分普遍。为适应不同容量的玻璃仪器，有不同型号的标准磨口。通常应用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 号等多种。这里的数字系指磨口最大端直径的毫米数。相同数字的内外磨口可以紧密相接。若两玻璃仪器因磨口编号不同无法直接相连，可借助于不同编号的磨口接头（见图 1.3）使之连接。一般学生实验中所使用的标准口玻璃仪器为 14 号或 19 号。

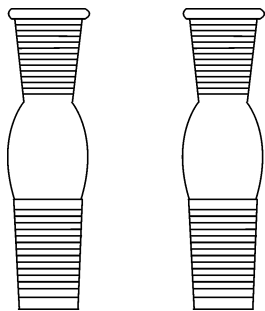


图 1.3 磨口接头

使用标准口玻璃仪器可免去选塞打孔等麻烦，也可避免因木塞、橡皮塞不洁或碎屑带来的污染。使用方便，但须注意下列事项：

1) 磨口处必须洁净，若沾有固体杂物，会使磨口对接不密，导致漏气。杂物若很硬，用力旋转磨口，磨口很易损坏。

2) 一般使用时无须在磨口处涂润滑剂，以免玷污反应物或产物。若反应中使用强碱，为避免磨口连接处因碱腐蚀粘住难以拆开，须涂以润滑剂。减压蒸馏时，若所需真空度较高，磨口处应涂真空油脂。在涂润滑剂或真空油脂时应细心地在磨口大的一端涂上薄薄一圈。切勿涂得太多，以免玷污产物。

3) 安装标准磨口仪器应注意整齐、正确，使磨口连接处不受歪斜的应力，否则容易将仪器折断。

4) 用后即应将仪器拆卸洗净。长期放置，磨口连接处会粘牢。

2. 金属用具

有机化学实验常用的金属用具具有：螺旋夹、弹簧夹、十字夹、烧瓶夹、铁圈、铁架台、三脚架、镊子、剪刀、三角锉刀、圆锉刀、打孔器、热水漏斗、水浴锅、水蒸气发生器、煤气灯、不锈钢刮刀、升降台等。常用的金属用具如图 1.4。

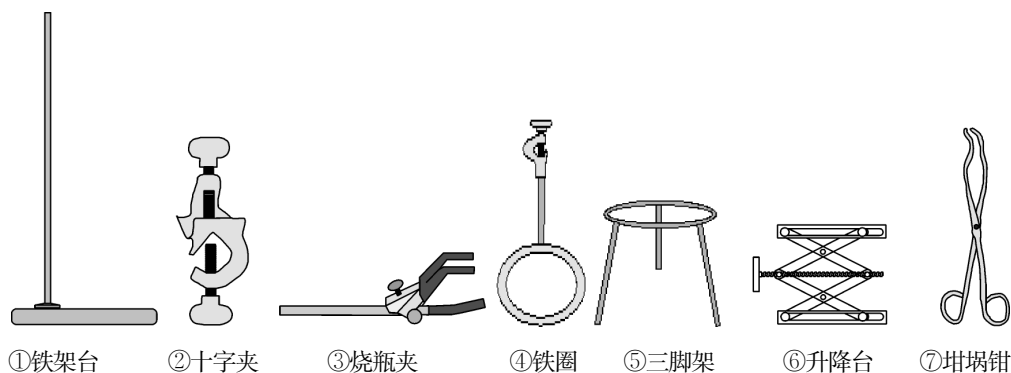


图 1.4 有机实验常用金属用具

铁架台、十字夹、烧瓶夹、三脚架等是用来夹住实验仪器，如圆底烧瓶等；铁圈是用来放置分液漏斗等；刮刀是用来转移固体；螺旋夹、弹簧夹用于夹紧胶皮管。

以上金属用具应经常擦拭干净，存放干燥处。有螺丝者（如十字夹、烧瓶夹、升降台等）每学期都要加点润滑油，以防锈牢。升降台上若放较重物品，在升上时须用手托一下物品，以免用力过大，螺丝滑牙。水浴锅、热水漏斗在加热前别忘加水，也切莫将水烧干，以防焊锡熔化而损坏。

3. 电器设备

使用前都应接好地线！

(1) 电吹风：应可吹冷、热风，供干燥玻璃仪器用。易放干燥处，防潮、防腐蚀、每季加油一次。

(2) 调压变压器：是调节电源电压的一种仪器，常用来调节电动搅拌器的转速和电热套的温度。调节时应将旋钮缓慢旋转，防止因剧烈摩擦产生火花而使炭刷接触点受损。不宜长期负载使用，否则容易烧毁。使用完毕应将旋钮调回零位，再切断电源。应放干燥处，防潮、防腐蚀。

(3) 电动搅拌器：作搅拌用，以调压变压器控制转速。不适宜用于搅拌过于粘稠的反应物。若超负载使用，或通电后马达不转（由于负载过重，反应物太粘稠或装置不妥卡住）很容易发热烧毁。保管时要防潮、防腐蚀、每季加油一次。

(4) 烘箱：实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱，用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热时不分解的药品。挥发性易燃物或以酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱以免爆炸。往烘箱里放玻璃仪器时，应由上而下依次放入，以免残留水滴滴下使已烘干的玻璃仪器炸裂。取出已烘干的仪器时，应用干布衬手，防止烫伤。刚取出时，也不能遇水，以防炸裂。若无水要求较高，取出的热玻璃仪器可用电吹风吹入冷风使其冷却，以免因自行冷却而凝上水气（特别在气温较低、湿度较大时）。

(5) 气流烘干机：用于快速烘干的仪器，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机的多孔金属管上。注意气流烘干机不宜长时间加热，以免烧坏电机和电热丝。

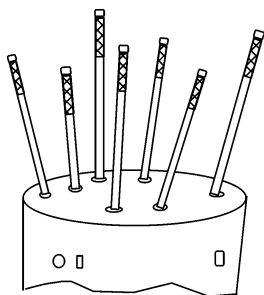


图 1.5 气流烘干机

(6) 磁力搅拌器（见图 1.6）：主要由可以旋转的磁铁和控制转速的电位器组成。使用时，向盛有需要搅拌的反应物的容器中投入一根由塑料（多数是聚四氟乙烯）或玻璃封住的小磁棒（又称搅拌子），将容器置于磁力搅拌器上，接电源后，慢慢旋转控制钮，调至所需速度进行搅拌。欲停止搅拌时，先将旋钮慢慢转到零，再切断电源。有的磁力搅拌器还带有加热装置，可以连接电热丝和电压表以加热和控制加热浴温度。使用时不能让水漏进磁力搅拌器内部，以防短路，烧毁马达。宜放干燥处保管，防潮、防腐蚀。

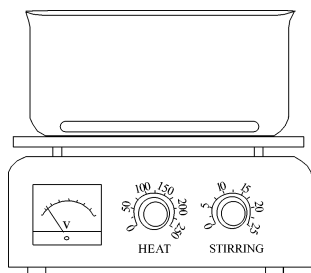


图 1.6 磁力加热搅拌器

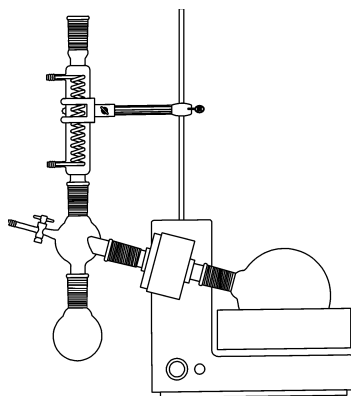


图 1.7 旋转蒸发器

(7) 旋转蒸发仪 (见图 1.7): 用以蒸发溶剂。操作时由于烧瓶在不断旋转, 不会暴沸。液体蒸发的表面很大, 蒸发速度快, 可加快实验进度, 已成为现代有机化学实验室中常用的仪器之一。使用时按下列次序:

- 1) 将旋转蒸发仪接通冷凝水, 连上水泵。
- 2) 转动旋转蒸发仪顶端的活塞使其通大气。
- 3) 把须蒸发溶剂的反应混合物倒入烧瓶内, 并将烧瓶套上蒸发仪, 用夹子夹住。
- 4) 打开水泵抽气, 转动顶端活塞使之与大气隔绝。
- 5) 开启蒸发仪电源开关, 旋转可变速马达的控速旋钮, 调节盛有待蒸发液体烧瓶的旋转速度。

6) 为使蒸发加速, 可在旋转的烧瓶下置一热源 (如水浴) 加热。

若溶剂已挥发, 欲停止蒸发, 应按以下次序:

- 1) 拿掉热源。
- 2) 将控速旋钮旋至零位, 然后关闭电源。
- 3) 慢慢旋转顶端活塞使通大气, 待瓶中压力与大气相仿时, 取下已蒸去了溶剂的烧瓶, 切不可在减压下拿下烧瓶, 否则产物会被空气冲溢出烧瓶。
- 4) 关闭水泵及冷凝水。

(8) 电热套: 它是常用的加热装置之一。虽然加热尚不及油浴的温度均匀, 但比煤气灯石棉网加热要均匀得多, 也比明火安全。其最高使用温度比油浴高, 可达 400°C 左右。电热套需接在调压变压器上使用, 通过调节电压来调节温度。其主要部件是用玻璃纤维包着的电热丝, 制成碗状, 根据其形状大小, 适用于各种大小尺寸的烧瓶。由于从改变电压到温度升高需一些时间, 故在加热时应慢慢调节电压。因电热套内部电热丝温度很高, 使用时仍需小心, 别让易燃有机溶剂进入电热套内, 否则会造成火灾。

4. 其他仪器设备

(1) 台秤: 一般台秤的最大称量为 1000 g (或 500 g), 能称准到 1 g 。小台秤最大称量一般为 100 g , 可称准到 0.1 g 。称量前若发现两边不平衡, 应调节两端的平衡螺丝使之平衡。称重时, 被称重物质放在左边称盘上, 在右边称盘上加砝码至两边平衡为止。被称量的化学药品必须放在称量纸上或烧杯、烧瓶内, 切不可直接放在称盘上, 以保持台秤的清洁。称量后应将砝码放回砝码盒中。

(2) 分析天平: 有机化学制备实验的称量允许误差在 1% 左右, 若要进行微量制备, 台秤的灵敏度还不够, 可使用分析天平。它的最大称量一般为 100 g , 根据精度不同可称准到 0.001 g 甚至 0.0001 g 。

(3) 电子天平 (见图 1.8): 现在实验室已经普遍使用电子天平代替一般的机械天平, 其称量使用方便快捷, 同时也能达到一样的精度。

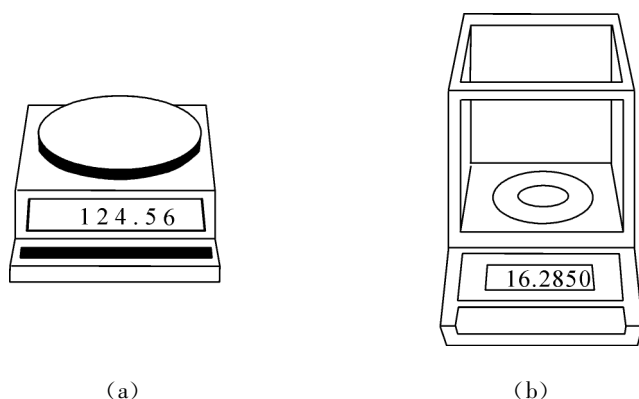


图 1.8 电子天平

电子天平 (ES) 的操作方法如下:

1) 开机 按“开/去皮”键, 电子天平显示“88888”字符, 然后显示天平软件版本号, 最后显示“0.00”, 即可进行称重。

2) 关机 按住“关/模式”键不动, 直到显示器出现“OFF”, 然后松开, 即可关闭天平。

天平具有设定定时关机功能, 关机功能开放时, 到设定关机时间, 天平自动关机。

如要取消自动关机功能, 开启天平, 按 4 (或 5) 次“关/模式”键当显示“SLEPO”时, 按一次“开/去皮”键, 自动关机功能取消。

设定关机时间

①天平显示“0.00”g 时, 再按 4 (或 5) 次“关/模式”键, 天平显示“SLEPO1”。

②按“开/去皮”键, 天平显示“OFF- *”, (* 为闪动的原先设置数值);

③按“关/模式”键更改关机时间设定值 (1~9min), 按一次“开/去皮”键完成设定。

3) 称量 天平可选用的称量单位有: 克 (g)、克拉 (carat) 及英镑 (lb)。重复按“关/模式”键选定所需要的单位, 然后按“开/去皮”键, 电子天平显示为“0.00”将样品放在称盘上, 即可读数。

4) 去皮 将空的容器放在称量盘上, 按“开/去皮”键使显示屏置零, 加入所称量的样品, 天平即显示出净质量。

电子天平为精密仪器, 操作时要小心, 往称盘里放置物品时手要轻; 称盘材质虽是不锈钢, 但它很易受酸、碱和氧化物的腐蚀, 要尽量避免与上述试剂的接触; 不小心掉在称盘上的试剂要及时清理干净; 被称物品不要超过天平的称量范围; 要有足够的通电预热时间以使天平趋向稳定; 电子天平使用时要置于避风处。

(4) 钢瓶 (见图 1.9): 在有机化学实验室中经常要用到氢气、氧气、氮气、二氧化碳、氨、氯气等气体。通常这些气体都是在加压的情况下储存于钢瓶 (或称高压气瓶) 中。由于各种气体性质不同, 对钢瓶的要求也不同。为了防止各种钢瓶混用, 统一规定了钢瓶的颜色和标记, 以资区别。我国常用的钢瓶标色如表 1.2 所示。



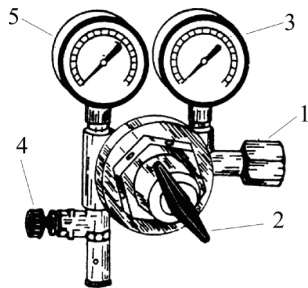
图 1.9 钢瓶

表 1.2 气体钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	字体颜色
氮	黑	棕	黄
压缩空气	黑		白
二氧化碳	黑		黄
氧	天蓝		黑
氢	深绿	红	红
氯	草绿	白	白
氨	黄		黑
其他可燃气体	红		白
其他不可燃气体	黑		黄

使用钢瓶时应注意：

- 1) 钢瓶应放置在阴凉、干燥、通风以及远离热源的地方，避免日光直晒。防止水浸，防与强酸、强碱接触。要将钢瓶固定在一定地方。
- 2) 搬运钢瓶要旋上瓶帽，轻拿轻放，防止摔碰或剧烈振动。有的钢瓶是玻璃钢制的，别让尖锐硬物刺伤钢瓶。
- 3) 钢瓶中气体不可用完，一般应留有 0.5% 以上的气体以防止重新灌气时发生危险。例如氢气钢瓶，若氢气用完可能漏入氧气，重灌氢气就会发生危险。
- 4) 钢瓶应定期试压检验，逾期未经检验者不得使用。
- 5) 钢瓶的阀门若已锈蚀，无法打开，切勿乱敲、乱拨，以免发生危险。遇此情况应将钢瓶送专门地方处理。
- 6) 钢瓶使用时都要用减压表。一般可燃性气体钢瓶阀门的螺丝是反向的。不燃或助燃气体钢瓶的阀门螺丝是正向的。各种减压表不可混用。开启阀门时站在减压表另一侧，以防减压表脱出而被击伤。



1. 连接钢瓶的螺头；2. 减压阀；3. 高压表；4. 低压针形阀；5. 低压表

图 1.10 减压表

(5) 减压表（见图 1.10）：减压表由指示钢瓶压力的总压力表（又称高压表）、控制压力的减压阀（或称调压阀）、减压后的分压力表（又称低压表）以及控制低压气体气流的针形阀组成。

使用时，把减压表与钢瓶连接好。将减压阀调至最松位置（即关闭状态，平时不使

用时,都应调在这个位置)。然后打开钢瓶上的总气阀门,这时总压力表所示即为钢瓶内气体的压力。再缓慢旋转调压阀,调节到所需的输出压力(由分压力表显示)。再慢慢打开针形阀,将气体输入反应系统。

使用完毕时,先关紧总气阀门,待总压力表与分压力表均指到零时,再旋松调压阀门,关上针形阀。

1.5 仪器的清洗、干燥和塞子的配置

1. 仪器的清洗

使用清洁的实验仪器是实验成功的重要条件,也是化学工作者应有的良好习惯。仪器使用后应立即清洗。其方法是趁热将磨口连接处拆开,将化学残留物用毛刷蘸少许清洁剂刷洗器皿内外部,再用清水冲洗。遇到难以洗去的残渣及焦油状物时,可根据其性质决定使用少量苯、丙酮或石油醚等浸泡。必要时可将浸泡有机溶剂的仪器在水浴上温热后再刷洗。

经以上处理仍不见效时,可加入数毫升浓硫酸、浓硝酸或氢氧化钠溶液,甚至浓硫酸加铬酸钾,转动仪器使酸或碱液浸没残渣粘附物,如此反复至无明显反应时将酸倾去,再刷洗。当反应瓶内有较多有机物时,用浓酸洗涤很危险,特别是硝酸与许多有机物反应激烈,应注意避免发生意外事故。

2. 仪器的干燥

仪器干燥程度可视实验要求而定,某些反应不需要干燥仪器,某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使用。有机化学实验室经常需要使用干燥的仪器,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。干燥仪器的方法有下列几种:

1) 自然风干

是指把已洗净的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°C 左右,约 0.5 h,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,以免骤冷而破裂,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。备用仪器也可放入烘箱中烘干,但是,计量仪器、冷凝管等切不可在烘箱内烘烤。

碱性反应和高真空反应条件下,必须在仪器的磨砂口处和活塞部分涂上一薄层润滑油或高真空油脂,否则磨口处、活塞处易被碱腐蚀,致使插入部件相互“咬住”而无法拆开。分液漏斗在放置不使用期间应在其活塞插入部分垫小纸条或涂油保存。这些仪器放入烘箱时应将油擦去或使用其他方法干燥为宜。

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 1~2 min，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。

3. 塞子的配置和钻孔

为使各种不同的仪器连接装配成套，就要借助于塞子。塞子选配是否得当，对实验影响很大。在有机化学实验中，仪器上一般使用软木塞。它的好处是不易被有机溶剂溶胀，而橡皮塞则易受有机物质的侵蚀而溶胀，且价格也较贵。但是，在要求密封的实验中，例如抽气过滤和减压蒸馏等就必须使用橡皮塞，以防漏气。

塞子的大小应与所塞仪器颈口相适合，塞子进入颈口部分不能少于塞子本身高度的 $1/3$ ，也不能多于 $2/3$ ，见图 1.11。所选软木塞还应注意不应有裂缝存在。

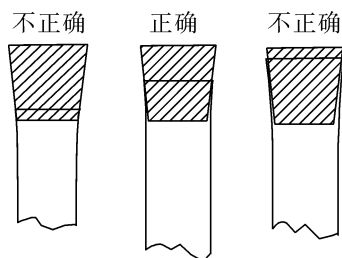


图 1.11 塞子的配置

为了在烧瓶上装冷凝管（防止溶剂或反应物挥发）、温度计（控制反应温度）或滴液漏斗（加料）等，常须在塞子上钻孔。软木塞在钻孔前须在压塞机内碾压紧密，以免在钻孔时塞子裂开。所钻孔径大小既要使玻璃管或温度计等能较顺利插入，又要保持插入后不会漏气，因此须选择大小合适的打孔器（在软木塞上钻孔时，打孔器孔径应比要插入的物体口径略小一点）。钻孔时，将塞子放在一块小木板上，小的一端向上，打孔器下面先敷些水或油以增加润滑，然后左手握紧塞子，右手持打孔器，一面向下施加压力，一面作顺时针方向旋转，从塞子小的一端垂直均匀地钻入，切不可强行推入，并且不要使打孔器左右摇摆，也不要倾斜。为了防止孔洞打斜，应时时注意打孔器是否保持垂直。当钻至塞子的 $1/3 \sim 1/2$ 时，将打孔器一面逆时针方向旋转，一面向上拔出，用细的金属棒捅掉打孔器内的软木塞或橡皮碎屑。然后再从塞子另一端对准原来的钻孔位置垂直把孔钻通，可得良好的孔洞。必要时可以用小圆锉把洞修理光滑或略锉大一些。橡皮塞钻孔时，所选打孔器口径应与插入管子的口径差不多，钻孔时更应缓慢均匀，不要用力顶入，否则钻出的孔很细小，不合用。

当把玻管或温度计插入塞中时，应将手握住玻管接近塞子的地方，均匀用力慢慢旋入孔内，握管手不要离塞子太远，否则易折断玻管（或温度计）造成割伤事故。在将玻管插入橡皮塞时可以沾一些水或甘油作为润滑剂，必要时可用布包住玻管。

每次实验后将所配好用过的塞子洗净、干燥，保存备用，以节约器材。

1.6 有机反应的常用装置

有机反应中所需装置包括：反应装置、提纯装置、加热冷却装置等。下面主要介绍反应装置、加热冷却装置，提纯装置在以后有关章节中介绍。

1. 有机常用反应装置

有机实验中常用的反应装置有回流装置、带气体吸收的装置、带搅拌的仪器装置、分水装置等。

(1) 回流装置

有机化学实验常用的回流装置如图 1.12 所示。

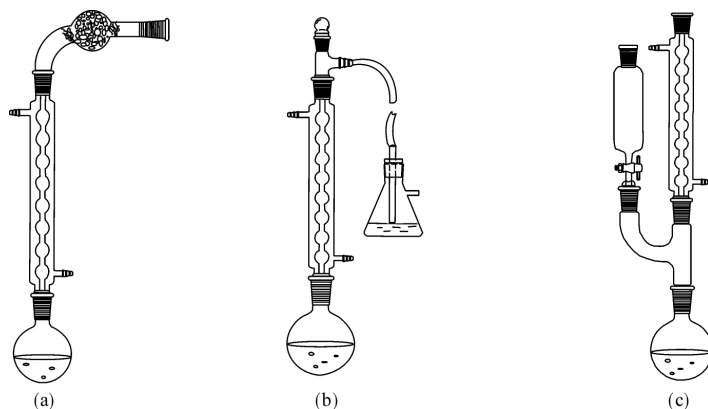


图 1.12 回流装置

图 (a) 是可以防潮的回流装置，假如不需要防潮可以去掉球形冷凝管顶端的干燥管。图 (b) 为带有吸收反应中生成气体的回流装置，适用于回流时水溶性气体（如氯化氢、溴化氢、二氧化硫等）产生的实验。图 (c) 为回流时可以同时滴加液体的装置。回流加热前应加入沸石，根据瓶内液体的沸腾温度，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发浸润不超过两个球为宜。

(2) 气体吸收装置

图 1.13 为气体吸收装置，用于吸收反应过程中生成的有刺激性和水溶性的气体（例如氯化氢、二氧化硫等）。其中图 (a) 和 (b) 可作少量气体的吸收装置。(a) 中的玻璃漏斗应略微倾斜使漏斗口一半在水中，一半在水面上，这样，既能防止气体逸出，亦可防止水被倒吸至反应瓶中。若反应过程中有大量气体生成或气体逸出很快时，可使用图 (c) 的装置，水自上端流入（可利用冷凝管流出的水）抽滤瓶中，在恒定的平面上溢出。粗的玻管恰好伸入水面，被水封住，以防止气体逸入大气中。

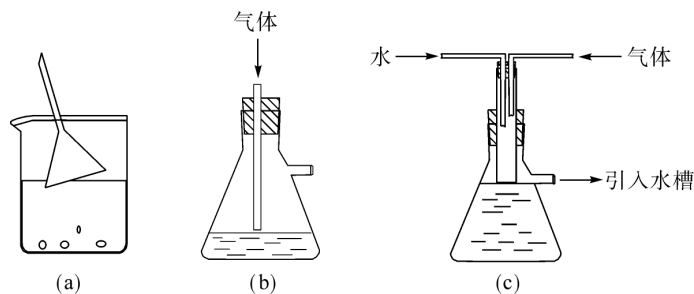


图 1.13 气体吸收装置

(3) 分水实验装置 (见图 1.14)

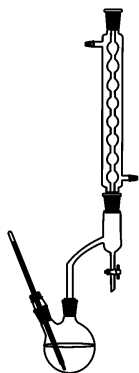


图 1.14 分水装置

(4) 搅拌装置

当反应在均相溶液中进行时一般可以不要搅拌，因为加热时溶液存在一定程度的对流，从而保持液体各部分均匀地受热。如果是非均相间反应，或反应物之一系逐渐滴加时，为了尽可能使其迅速均匀地混合，以避免因局部过浓过热而导致其他副反应发生或有机物分解；有时反应产物是固体，如不搅拌将影响反应顺利进行；在这些情况下均需进行搅拌操作。在许多合成实验中若采用搅拌装置，不但可以较好地控制反应温度同时也能缩短反应时间和提高产率。常用的搅拌装置见图 1.15。

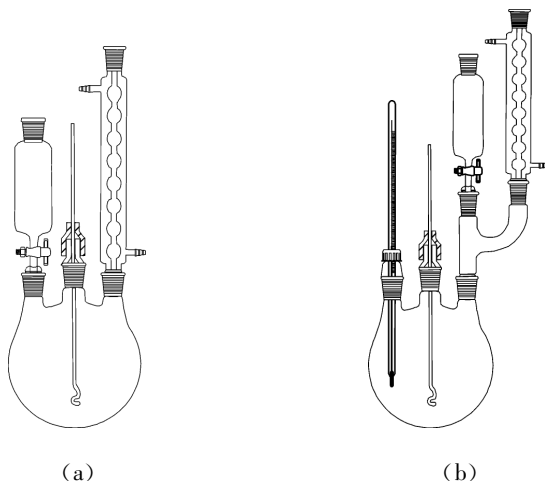


图 1.15 搅拌装置

图 (a) 是可同时进行搅拌、回流和自滴液漏斗加入液体的实验装置。图 (b) 的装置还可同时测量反应的温度。

图 1.15 中的搅拌采用了简易密封装置，在加热回流情况下进行搅拌可避免蒸气或生成的气体直接逸至大气中。

简易密封搅拌装置制作方法 (以 250 mL 三颈瓶为例)：在 250 mL 三颈瓶的中口配置软木塞，打孔 (孔洞必须垂直且位于软木塞中央)，插入长 6~7 cm、内径较搅拌器略粗的玻管。取一段长约 2 cm、内径必须与搅棒紧密接触、弹性较好的橡皮管套于玻管

上端。然后自玻管下端插入已制好的搅棒。这样，固定在玻管上端的橡皮管因与搅棒紧密接触而达到了密封的效果。在搅棒和橡皮管之间滴入少量甘油，对搅拌可起润滑和密封作用。搅棒的上端用橡皮管与固定在搅拌器上的一短玻管棒连接，下端接近三颈瓶底部，离瓶底适当距离不可相碰。且在搅拌时要避免搅棒与塞中的玻璃管相碰。这种简易密封装置（见图 1.16）在一般减压（10~12 mmHg）时亦可使用。

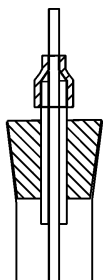


图 1.16 简易密封装置



图 1.17 液封装置

另一种液封装置，见图 1.17，可用惰性液体（如石蜡油）进行密封。

机械搅拌的搅棒通常由玻璃棒、聚四氟乙烯或在不锈钢外镀聚四氟乙烯制成，常用的几种见 1.18，其中（a）、（b）两种可以容易地用玻棒弯制；（c）较难制作；（d）中半圆形搅拌叶可用聚四氟乙烯制成。（c）和（d）的优点是可以伸入细颈瓶中，且搅拌效果较好。（e）为桨式搅拌棒，适用于两相不混溶的体系，其优点是搅拌平稳，搅拌效果好。

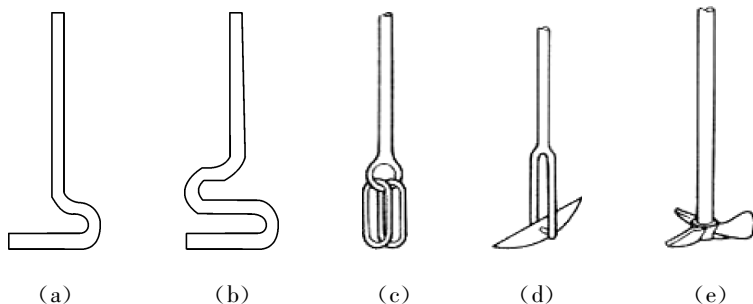


图 1.18 搅棒

2. 加热装置

在有机化学实验中，为了提高反应速度，经常需要对反应体系进行加热。在分离和纯化等操作中也常常要加热。除了某些试管反应可以用试管夹夹住试管在小火上小心加热（试管口不能对着人，以防液体暴沸喷出伤人）和测熔点时用小火加热提勒管外，其他都不能用火直接加热。

1) 将石棉网置于三脚架上，下面用煤气灯（没有煤气的地方可用酒精灯）加热，是最常用的加热方法。置于石棉网上的烧瓶应用铁夹固定在铁架上，瓶底不能与石棉网接触，以免由于局部过热而导致有机化合物分解。加热时，须先用小火，然后根据情况逐渐加大火焰。在烧瓶中没有固体和不用搅拌的情况下，加热前必须先放入沸石以防暴沸。在反应体系中有低沸点易燃溶剂如乙醚、石油醚时不能使用上述装置。此外，由于

空气流动，加热的温度不均匀，不适于在减压蒸馏操作中使用。

2) 空气浴：空气浴就是让热源把局部空气加热，空气再把热能传导给反应容器。

电热套加热就是简便的空气浴加热，能从室温最高加热到 400°C 左右。安装电热套时，要使反应瓶外壁与电热套内壁保持 2 cm 左右的距离，以便利用热空气传热和防止局部过热等。

3) 水浴：当需要加热的温度在 100°C 以下时，可将烧瓶浸入水浴中（勿使烧瓶与水浴底接触，以免局部过热），水浴置于三脚架上，下面用煤气灯控制加热。对于乙醚等低沸点的易燃溶剂则不能用明火加热，应用事先已加热好的水浴加热。有条件的可以用电热恒温水浴，或用封闭式电炉加热水浴。后两者在需要长时间加热时，较为方便。

4) 油浴：在进行 100°C 至 250°C 加热时，可用油浴，油浴所能达到的温度取决于所用油浴的种类。

甘油和邻苯二甲酸二丁酯适用于加热到 $140\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，温度过高易分解。

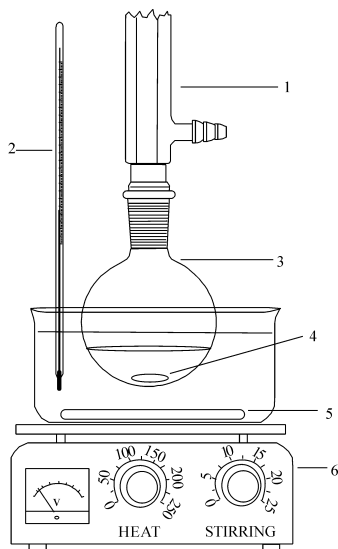
植物油可加热到 200°C 左右，温度再高，它挥发较快，气味较重会污染空气，也易燃烧。

真空泵油，特别是硅油，可以加热到 250°C ，热稳定性也较好，但价格较贵。

液体多聚乙二醇，可加热到 $180\sim 200^{\circ}\text{C}$ 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。

用油浴进行加热，温度很均匀，油又不像水那样容易挥发，是很好的加热装置。除甘油和多聚乙二醇以外，切忌在油浴中溅入水滴，否则会暴沸喷溅。加热完成后，应先将烧瓶悬夹在油浴上方，待无油滴滴下，再用废纸擦净烧瓶。

油浴除用封闭电炉进行加热外，也可用放在油浴中的电热丝连调压变压器加热。后者常与磁力搅拌器联用即实验室常用的磁力集热式加热搅拌器（见图 1.19），既能搅拌，又可加热，既方便又安全。



1. 冷凝管； 2. 温度计； 3. 圆底烧瓶； 4. 搅拌子； 5. 加热圈； 6. 磁力搅拌器

图 1.19 磁力搅拌器和水（油）浴加热装置