

有机实验室常用仪器设备与使用

一、有机化学实验常用仪器、设备和应用范围

现将有机化学实验中所用的玻璃仪器、金属用具、电学仪器及一些其它设备分别介绍如下：

1、玻璃仪器

有机实验玻璃仪器(见图 2.1、图 2.2)，按其口塞是否标准及磨口，而分标准磨口仪器及普通仪器两类。标准磨口仪器由于可以相互连接，使用是既省时方便又严密安全，它将逐渐代替同类普通仪器。使用玻璃仪器皆应轻拿轻放。容易滑动的仪器(如圆底烧瓶)，不要重叠放置，以免打破。

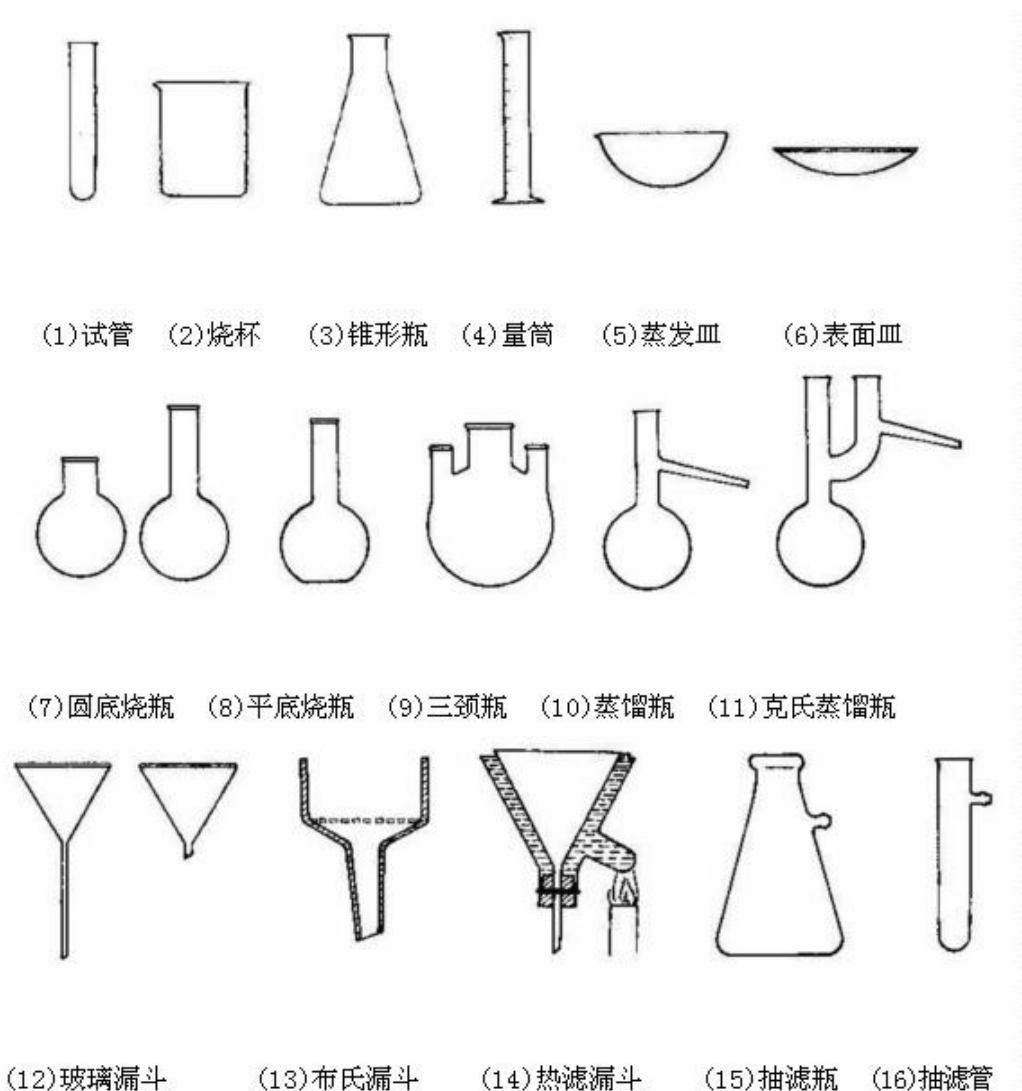




图 2.1 普通玻璃仪器

除试管、烧杯等少数玻璃仪器外，一般都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压，不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热，故不能加热。广口容器(如烧杯)不能贮放易挥发的有机溶剂。带活塞的玻璃器皿用过洗净后，在活塞与磨口间应垫上纸片，以防粘住。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂或有机溶剂后用电吹风吹热风，或用水煮后再用木块轻敲塞子，使之松开。

此外，不能用温度计作搅拌棒用，也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计用

后要缓慢冷却不可立即用冷水冲洗以免炸裂。

有机化学实验，最好采用标准磨口的玻璃仪器。这种仪器可以和相同编号的磨口相互连接，即可免去配塞子及钻孔等手续，也能免去反应物或产物被软木塞或橡皮塞所玷污。标准磨口玻璃仪器口径的大小，通常用数字编号来表示，该数字是指塞(或橡皮塞)所玷污。标准磨口玻璃仪器口径的大小，通常用数字编号来表示，该数字是指磨口最大端直径的毫米整数。常用的有 10，14，19，24，29，34，40，50 等。有时也用两组数字来表示，另一组数字表示磨口的长度。例如 14/30，表示此磨口直径最大处为 14mm，磨口长度为 30mm。相同编号的磨口、磨塞可以紧密连接。有时两个玻璃仪器，因磨口编号不同无法直接连接时，则可借助不同编号的磨口接头(或称大小头)[见图 2.2(9)]使之连接

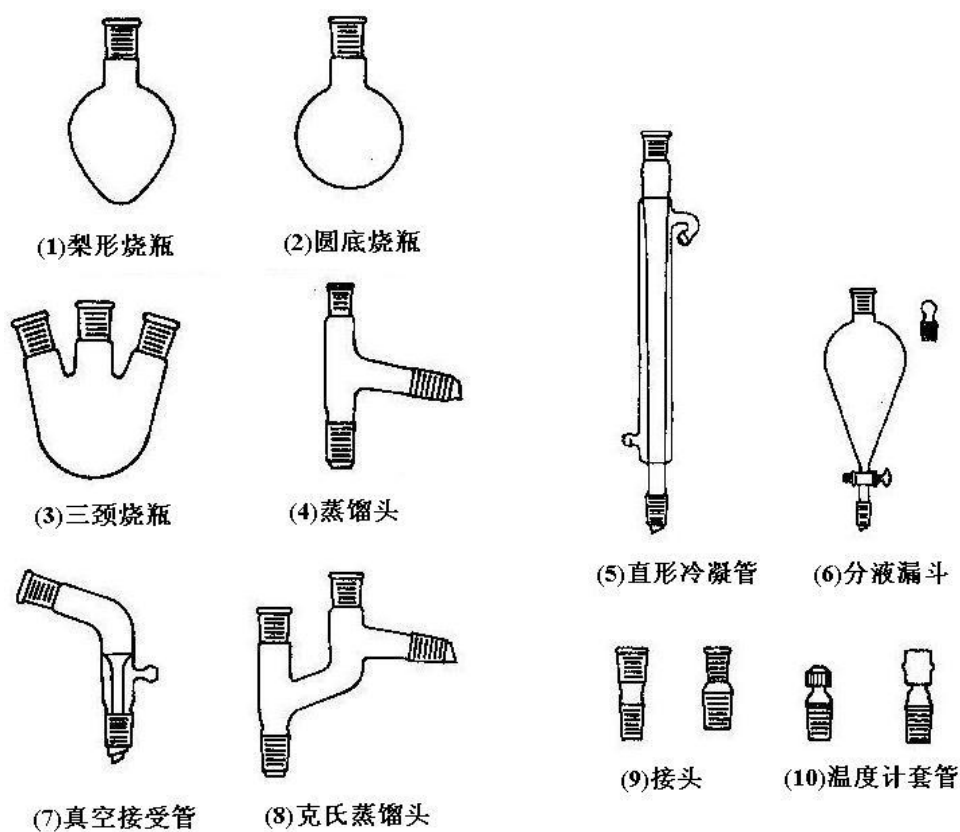


图 2.2 标准口玻璃仪器

注：通常以整数表示磨口系列的编号，它与实际磨口锥体大端直径略有差别，下面列出了磨口的编号与大端直径的对照

编 号	10	14	19	24	29	34	40
大端直径 / mm	10.0	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5	40.0

使用标口玻璃仪器时注意：

(1)磨口处必须洁净，若粘有固体杂物，会使磨口对接不严密导致漏气。若有硬质杂物，更会损坏磨口。

(2)用后应拆卸洗净。否则若长期放置，磨口的连接处常会粘牢，难以拆开。

(3)一般用途的磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物。若反应中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。减压蒸馏时，磨口应涂真空脂，以免漏气。

(4)安装标准磨口玻璃仪器装置时，应注意安得正确、整齐、稳妥，使磨口连接处不受歪斜的应力，否则易将仪器折断，特别在加热时，仪器受热，应力更大。

2、金属用具

有机实验中常用的金属用具有：铁架，铁夹，铁圈，三脚架，水浴锅，镊子，剪刀，三角锉刀，圆锉刀，压塞机，打孔器，水蒸气发生器，煤气灯，不锈钢刮刀，升降台等。

3、电学仪器及小型机电设备

(1)电吹风

实验室中使用的电吹风应可吹冷风和热风，供干燥玻璃仪器之用。宜放干燥处，防潮、防腐蚀。定期加润滑油

(2)电加热套（或叫电热帽）

它是玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器(见图 2.3)，加热和蒸馏易染有机物

时，由于它不是明火，因此具有不易引起着火的优点，热效率也高。加热温度用调压变压器

控制，最高温度可达 400°C 左右，是有机试验中一种简便、安全的加热装置。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配，从 50mL 起，各种规格均有。电热套主要用做回流加热的热源。用它进行蒸馏或减压蒸馏时，随着蒸馏的进行，瓶内物质逐渐减少，这时使用电热套加热，就会使瓶壁过热，造成蒸馏物被烤焦的现象。若选用大一号的电热套，在蒸馏过程中，不断降低垫电热套的升降台的高度，就会减少烤焦现象。

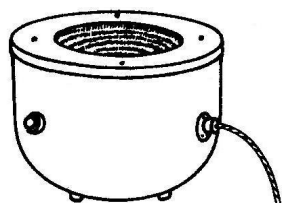


图 2.3 电热套

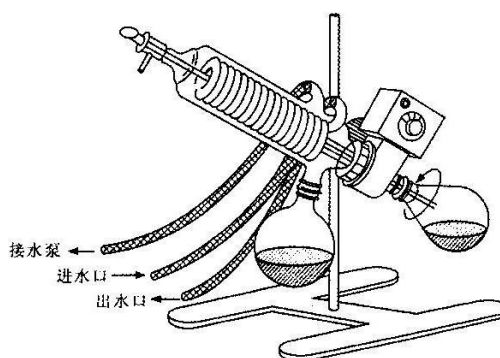


图 2.4 旋转蒸发仪

(3) 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪是与马达带动可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)冷凝器和接受器组成(见图 2.4)，可在常压或减压下操作，可一次进料，也可分批吸入蒸发料液。由于蒸发器的不断旋转，可免加沸石而不会暴沸。蒸发器旋转时，会使料液的蒸发面大大增加，加快了蒸发速度。因此，它是浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。

(4) 调压变压器

调压变压器是调节电源电压的一种装置，常用来调节加热电炉的温度，调整电动搅

拌器的转速等。使用时应注意：

①电源应接到注明为输入端的接线柱上，输出端的接线柱与搅拌器或电炉等的导线连接，切勿接错。同时变压器应有良好的接地。

②调节旋钮时应当均匀缓慢，防止因剧烈磨擦而引起火花及炭刷接触点受损。如炭刷磨损较大时应予更换。

③不允许长期过载，以防止烧毁或缩短使用期限。

④炭刷及绕线组接触表面应保持清洁，经常用软布抹去灰尘。

⑤使用完毕后应将旋钮调回零位，并切断电源，放在干燥通风处，不得靠近有腐蚀性的物体。

(5) 电动搅拌器

电动搅拌器(或小马达连调压变压器)在有机实验中作搅拌用。一般适用于油水等溶液或固—液反应中。不适用于过粘的胶状溶液。若超负荷使用，很易发热而烧毁。使用时必须接上地线。平时应注意经常保持清洁干燥，防潮防腐蚀。轴承应经常加油保持润滑。

(6) 磁力搅拌器

由一根以玻璃或塑料密封的软铁(叫磁棒)和一个可旋转的磁铁组成。将磁棒投入盛有欲搅拌的反应物容器中，将容器置于内有旋转磁场的搅拌器托盘上，接通电源，由于内部磁铁旋转，使磁场发生变化，容器内磁棒亦随之旋转，达到搅拌的目的。一般的磁力搅拌器(如 79—1 型磁力搅拌器)都有控制磁铁转速的旋钮及可控制温度的加热装置。

(7) 烘箱

烘箱用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热时不分解的物品。挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱内，以免发生爆炸。

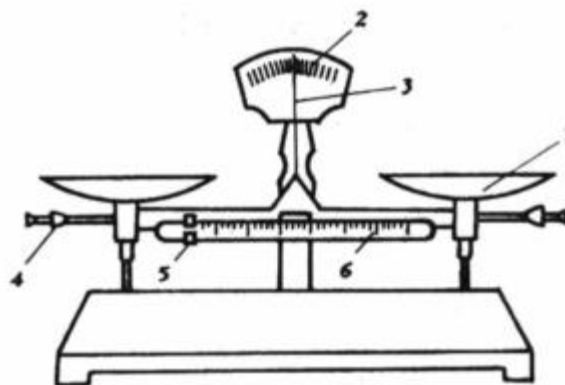
烘箱使用说明：接上电源后，即可开启加热开关，再将控温旋钮由“0”位顺时针旋

至一定程度(视烘箱型号而定),此时烘箱内即开始升温,红色指示灯发亮。若有鼓风机,可开启鼓风机开关,使鼓风机工作。当温度计升至工作温度时(由烘箱顶上温度计读数观察得知)即将控温器旋钮按逆时针方向缓慢旋回,旋至指示灯刚熄灭。在指示灯明灭交替处即为恒温定点。一般干燥玻璃仪器时应先沥干,无水滴下时才放入烘箱,升温加热,将温度控制在 $100-120^{\circ}\text{C}$ 左右。实验室中的烘箱是公用仪器,往烘箱里放玻璃仪器时应自上而下依次放入,以免残留的水滴流下使下层已烘热的玻璃仪器炸裂。取出烘干后的仪器时,应用干布衬手,防止烫伤。取出后不能碰水,以防炸裂。取出后的热玻璃器皿,若任其自行冷却,则器壁常会凝上水气。可用电吹风吹入冷风助其冷却,以减少壁上凝聚的水气。

4、其它仪器设备

(1)台秤

在有机合成实验室中,常用于称量物体质量的仪器是台秤。台秤的最大称量为 1000g,或 500g,能称准到 1g。若用药物台秤(又称小台秤),最大称量为 100g,能称准到 0.1g。这些台秤最大称量虽然不同,但原理是相同的,它们都有一根中间有支点的杠杆,杠杆两边各装有一个秤盘(见图 2.5)。左边秤盘放置被称量物体,右边秤盘放砝码,杠杆支点处连有一指针,指针后有标尺。指针倾斜表示两盘质量不等。与杠杆平行有一根游码尺,尺上有一个活动的游码。在称量前,先观察两臂是否平衡,指针是否在标尺中央。如果不在中央,可以调节两端的平衡螺丝,使指针指向标尺中央,两臂即平衡。



1—秤盘；2—标尺；3—指针；
4—平衡螺丝；5—游码；6—游码尺
图2.5 台秤

称量时，将物体放在左盘上，在右盘上加砝码，用镊子(不要直接用手)先加大砝码，然后加较小的，加减到 10g(小台秤为 5g)以下的质量时，可以移动游码，直至指针在标尺中央，表示两边质量相等。右盘上砝码的克数加上游码在游码尺上所指的克数便是物体的质量。台秤用完后，应将砝码放回盒中，将游码复原至刻度 0。台秤应经常保持清洁，所称物体不能直接放在盘上，而应放在清洁、干燥的表面皿、硫酸纸或烧杯中进行称量。

(2)扭力天平

在进行半微量制备时，因普通台秤的灵敏度不够，可使用扭力天平。扭力天平可准确到 0.01g。使用前先调节底脚螺丝使左右平衡。在称量 1g 以下物料时，可通过旋转加质量的旋钮来调节。

(3)钢瓶

又称高压气瓶，是一种在加压下贮存或运送气体的容器，通常有铸钢的、低合金钢的等。

氢气、氧气、氮气、空气等在钢瓶中呈压缩气状态，二氧化碳、氨、氯、石油气等在钢瓶中呈液化状态。乙炔钢瓶内装有多孔性物质(如木屑、活性炭等)和丙酮，乙炔气

体在压力下溶于其中。为了防止各种钢瓶混用，全国统一规定了瓶身、横条以及标字的颜色，以资区别。现将常用的几种钢瓶的标色摘录于表 1.1 中。

表 1.1 常用几种钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色
氮	黑	棕	黄
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
其它一切可燃气体	红		
其它一切不可燃气体	黑		

- 使用钢瓶时应注意：
- ①钢瓶应放置在阴凉、干燥、远离热源的地方，避免日光直晒。氢气钢瓶应放在与实验室隔开的气瓶房内。实验室中应尽量少放钢瓶。
 - ②搬运钢瓶时要旋上瓶帽，套上橡皮圈，轻拿轻放，防止摔碰或剧烈振动。
 - ③使用钢瓶时，如直立放置应有支架或用铁丝绑住，以免摔倒；如水平放置应垫稳，防止滚动，还应防止油和其它有机物玷污钢瓶。
 - ④钢瓶使用时要用减压表，一般可燃性气体(氢、乙炔等)钢瓶气门螺纹是反向的，不燃或助燃性气体(氮、氧等)钢瓶气门螺纹是正向的。各种减压表不得混用。开启气门

时应站在减压表的另一侧，以防减压表脱出而被击伤。

⑤钢瓶中的气体不可用完，应留有 0.5%表压以上的气体，以防止重新灌气时发生危险。

⑥用可燃性气体时一定要防止回火的装置(有的减压表带有此种装置)。在导管中塞细铜丝网，管路中加液封可以起保护作用。

⑦钢瓶应定期试压检验(一般钢瓶三年检验一次)。逾期未经检验或锈蚀严重时，不得使用，漏气的钢瓶不得使用。

(4)减压表

减压表由指示钢瓶压力的总压力表、控制压力的减压阀和减压后的分压力表三部分组成。使用时应注意，把减压表与钢瓶连接好(勿猛拧!)后，将减压表的调压阀旋到最松位置(即关闭状态)。然后打开钢瓶总气阀门，总压力表即显示瓶内气体总压。检查各接头(用肥皂水)不漏气后，方可缓慢旋紧调压阀门，使气体缓缓送入系统。使用完毕时，应首先关紧钢瓶总阀门，排空系统的气体，待总压力表与分压力表均指到 0 时，再旋松调压阀门。如钢瓶与减压表连接部分漏气，应加垫圈使之密封，切不能用麻丝等物堵漏，特别是氧气钢瓶及减压表绝对不能涂油，这更应特别注意。

二、有机实验常用装置

为了便于查阅和比较有机化学实验中常见的基本操作，在此集中讨论回流、蒸馏、气体吸收及搅拌等操作的仪器装置。

1、回流装置

很多有机化学反应需要在反应体系的溶剂或液体反应物的沸点附近进行，这时就要用回流装置(见图 2.6)。图 2.6(1)是普通加热回流装置；图 2.6(2)是防潮加热回流装置；图 2.6(3)是带有吸收反应中生成气体的回流装置，适用于回流时有水溶性气体(如：HCl、

HBr、SO₂ 等)产生的实验；图 2.6(4)为回流时可以同时滴加液体的装置。回流加热前应先放入沸石，根据瓶内液体的沸腾温度，可选用水浴、油浴或石棉网直接加热等方式。在条件允许下，一般不采用隔石棉网直接用明火加热的方式。回流的速率应控制在液体蒸气浸润不超过两个球为宜。

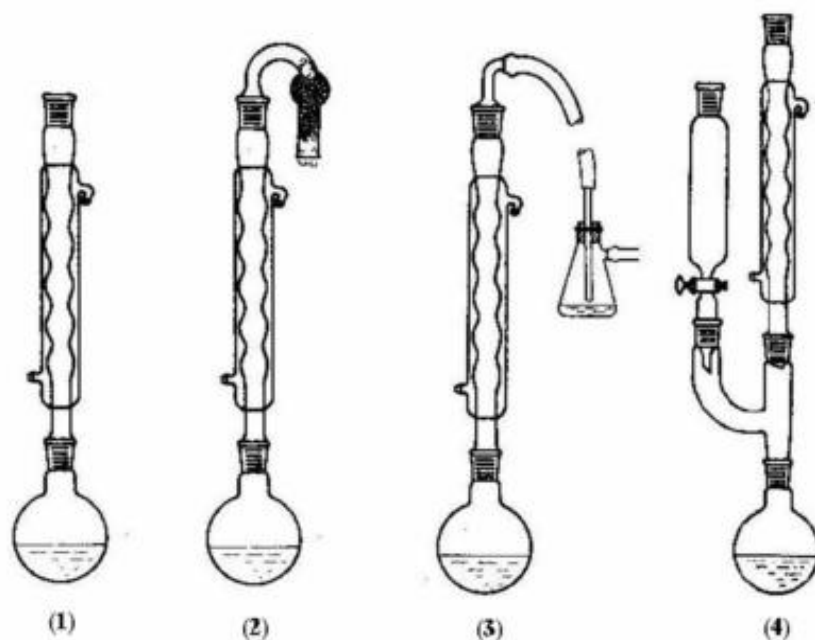


图2.6 回流装置

2、蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体和除去有机溶剂的常用方法。几种常用的蒸馏装置(见图 2.7)，可用于不同要求的场合。图 2.7(1)是最常用的蒸馏装置，由于这种装置出口处与大气相通，可能逸出馏液蒸气，若蒸馏易挥发的低沸点液体时，需将接液管的支管连上橡皮管，通向水槽或室外。支管口接上干燥管，可用作防潮的蒸馏。

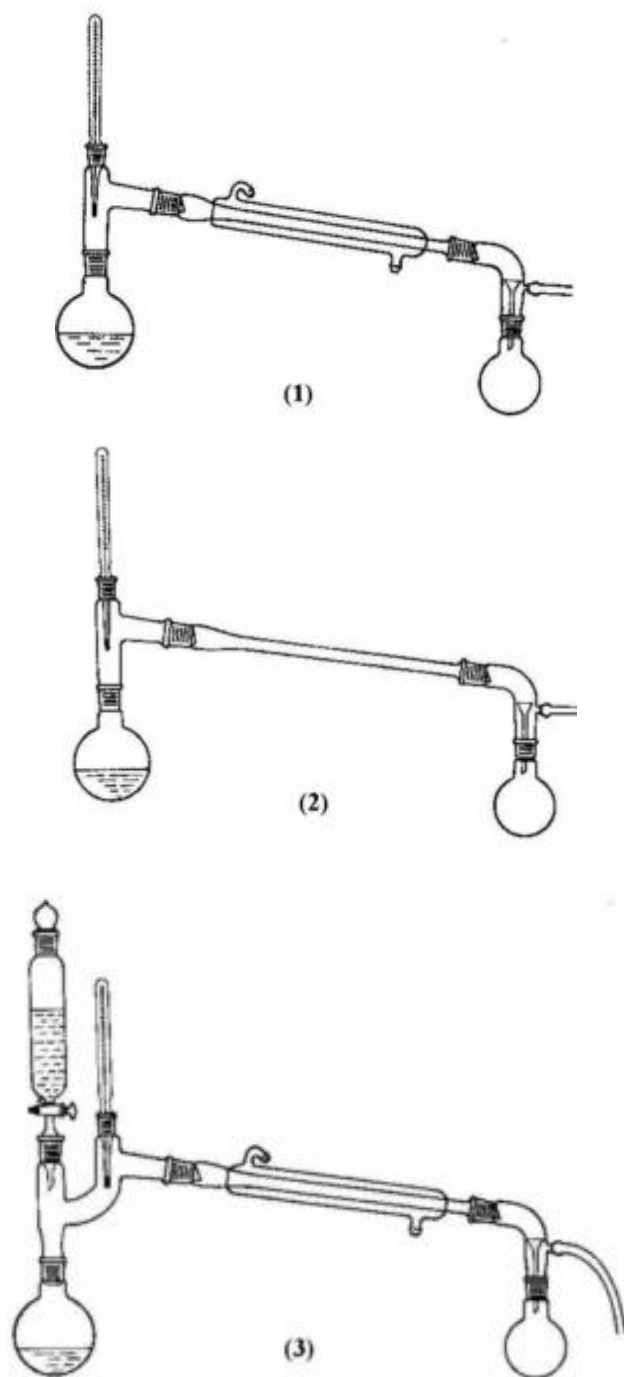


图 2.7 蒸馏装置

图 2.7(2)是应用空气冷凝管的蒸馏装置，常用于蒸馏沸点在 140°C 以上的液体。若使用直形水冷凝管，由于液体蒸气温度较高而会使冷凝管炸裂。图 2.7(3)为蒸除较大量溶剂的装置，由于液体可自滴液漏斗中不断地加入，既可调节滴入和蒸出的速度，又可避免使用较大的蒸馏瓶。

3、气体吸收装置

气体吸收装置(见图 2.8)，用于吸收反应过程中生成的有刺激性和水溶性的气体如： HCl 、 SO_2 等)。其中图 1.8(1)和 18.(2)可作少量气体的吸收装置。2.8(1)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 2.8(3)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。图中的粗玻管也可用 Y 形管代替。

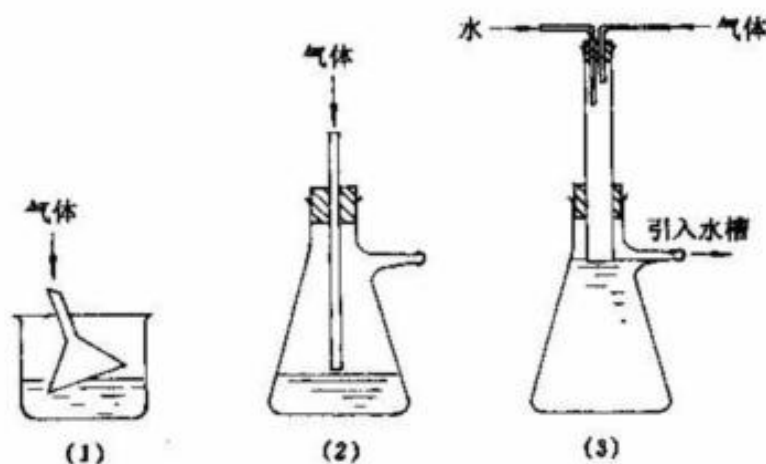


图2.8 气体吸收装置

4、搅拌装置

(1) 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它副反应发生或有机物的分解；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使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 2.9。图 2.9(1)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 2.9(2)的装置还可同时测量反应的温度；图 2.9(3)是带干燥管的搅拌装置；图 2.9(4)是磁力搅拌。

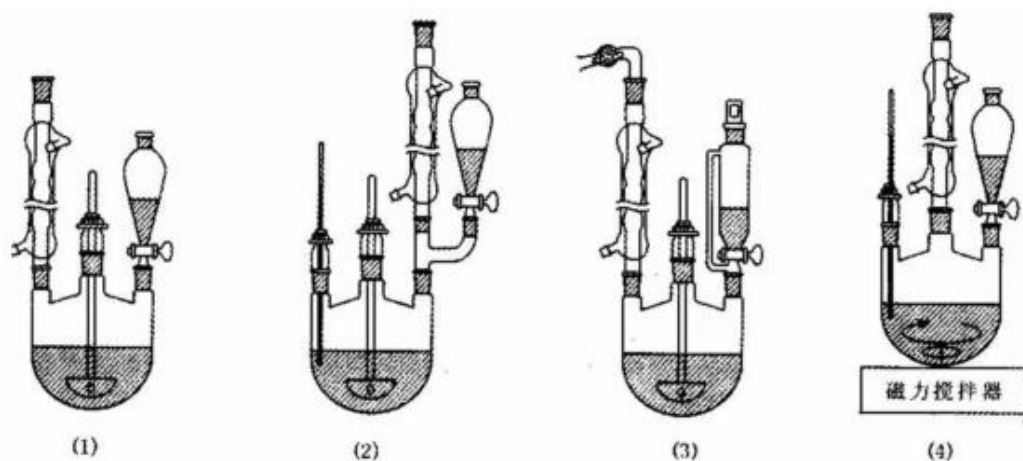


图2.9 搅拌装置

(2) 密封装置

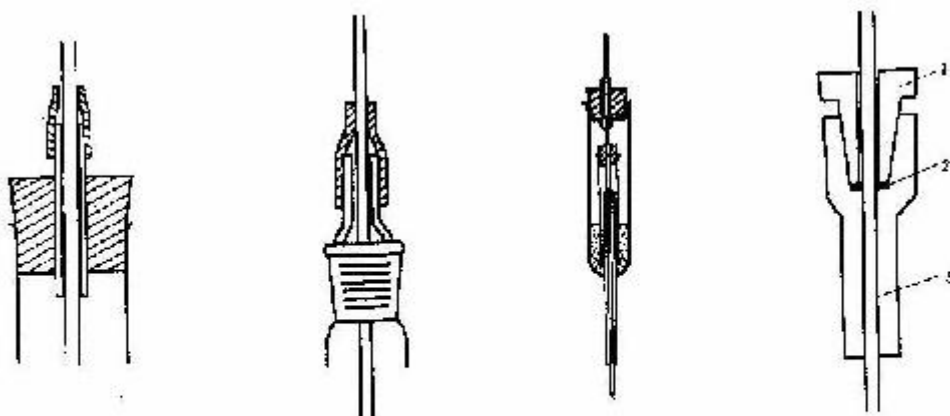


图2.10 常用密封装置

搅拌机的轴头和搅拌棒之间可通过两节真空橡皮管和一段玻璃棒连接，这样搅拌器导管不致磨损或折断(见图 2.11)。

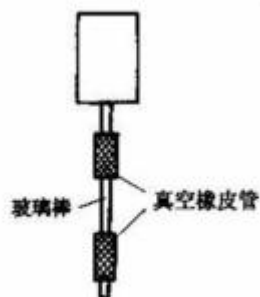


图2.11 搅拌棒的连接

(3)搅拌棒

搅拌所用的搅拌棒通常由玻璃棒制成，式样很多，常用的见图 2.12。其中(1)、(2)两种可以容易地用玻棒弯制。(3)、(4)较难制。其优点是可以伸入狭颈的瓶中，且搅拌效果较好。(5)为筒形搅拌棒，适用于两相不混溶的体系，其优点是搅拌平稳，搅拌效果好。

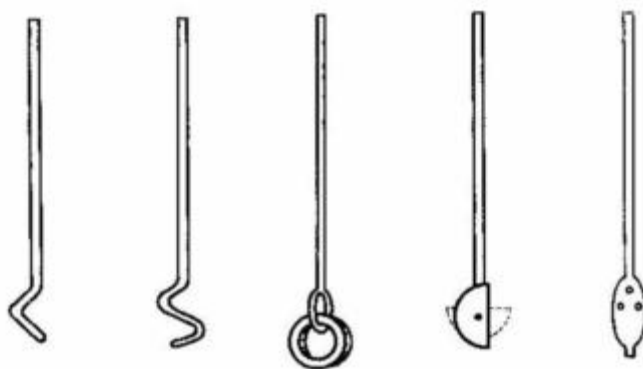


图2.12搅拌棒

5、仪器装置方法

有机化学实验常用的玻璃仪器装置，一般皆用铁夹将仪器依次固定于铁架上。铁夹的双钳应贴有橡皮、绒布等软性物质，或缠上石棉绳、布条等。若铁钳直接夹住玻璃仪器，则容易将仪器夹坏。

用铁夹夹玻璃器皿时，先用左手手指将双钳夹紧，再拧紧铁夹螺丝，待夹钳手指感

到螺丝触到双钳时，即可停止旋动，做到夹物不松不紧。

以回流装置[图 1.6(2)]为例，装置仪器时先根据热源高低(一般以三脚架高低为准)用铁夹夹住圆底烧瓶瓶颈，垂直固定于铁架上。铁架应正对实验台外面，不要歪斜。若铁架歪斜，重心不一致，装置不稳。然后将球形冷凝管下端正对烧瓶口用铁夹垂直固定于烧瓶上方，再放松铁夹，将冷凝管放下，使磨口磨塞塞紧后，再将铁夹稍旋紧，固定好冷凝管，使铁夹位于冷凝管中部偏上一些。用合适的橡皮管连接冷凝水，进水口在下方，出水口在上方。最后按 1.6(2)在冷凝管顶端装置干燥管。

安装仪器遵循的总则：

- (1) 先下后上，从左到右；
- (2) 正确、整齐、稳妥、端正；其轴线应与实验台边沿平行。