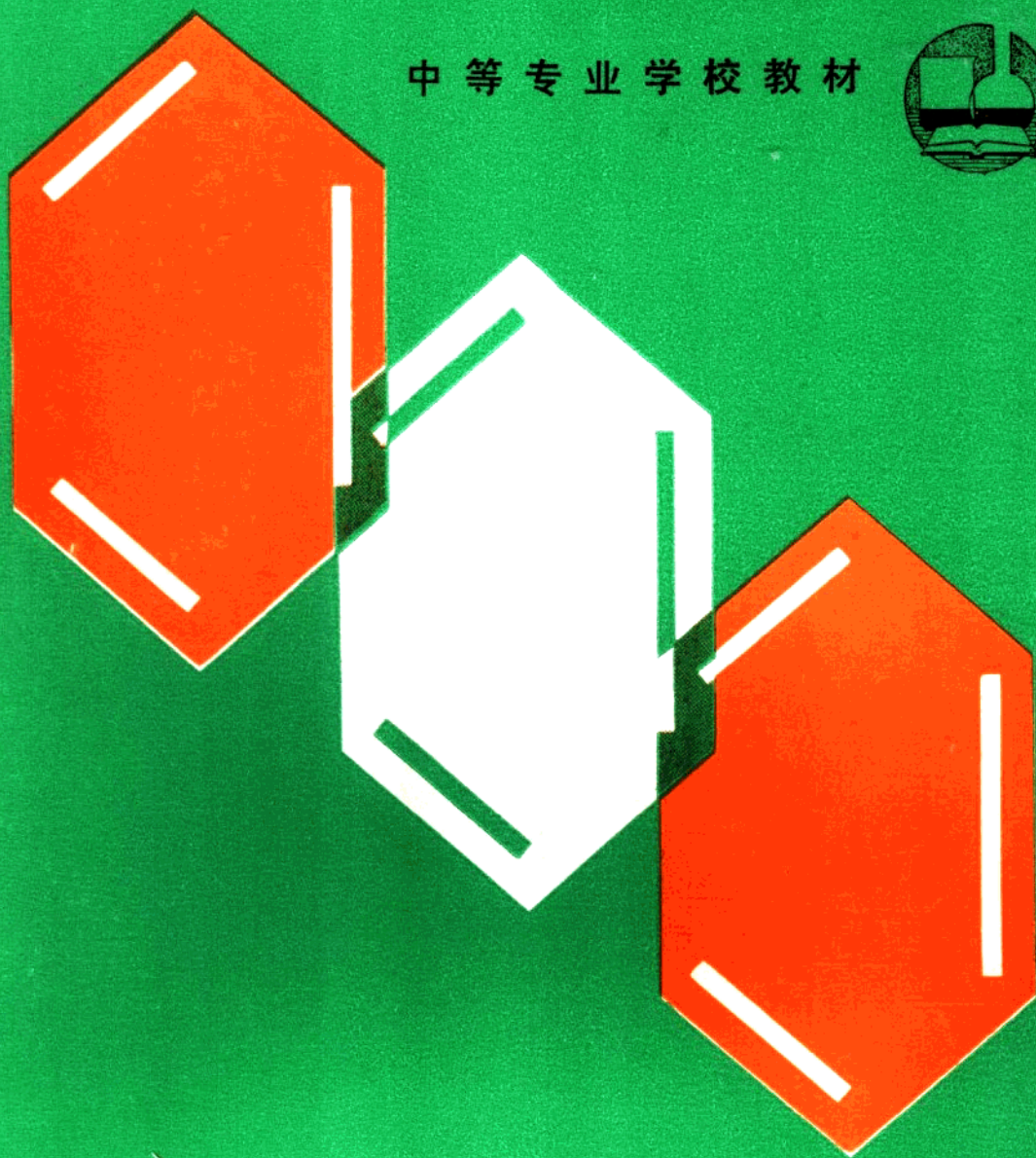
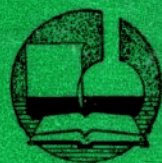


中等专业学校教材



有机化学实验

冯蕴华 主编

化学工业出版社

中等专业学校教材

有机化学实验

冯蕴华 主编

化学工业出版社

内 容 提 要

本书是根据1987年3月在石家庄召开的全国化工中专《基础化学》编委会制定的“有机化学实验大纲”和“有机化学综合实验大纲”编写的。

全书共分四大部分。I.有机化学实验的一般知识；II.基本操作与实验；III.有机化合物的性质试验；IV.合成实验。介绍了10类基本操作（其中水蒸汽蒸馏附在合成实验中）；安排了5个基本操作实验；7个性质试验；14个合成实验。每个实验后面都附有思考题。

本书是化工中专的化工工艺专业和化工分析专业“有机化学实验”教材。也可供化工中专的其它专业和非化工中专、技工学校、职业高中作参考书。

中等专业学校教材

有机化学实验

冯蕴华 主编

附 实验报告

责任编辑：王秀鸾

封面设计：季玉芳

化学工业出版社出版

（北京和平门七区十六号楼）

化学工业出版社印刷厂印刷

化学工业出版社印刷厂装订

新华书店北京发行所发行

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{16}$ 印张 $8 \frac{1}{2}$ 字数199千字

1989年6月第1版 1989年8月北京第2次印刷

印 数 1,331—27,330

ISBN 7-5025-0468-0/G·124(课)

定 价1.70元

前 言

本书是根据1987年3月在石家庄召开的全国化工中专《基础化学》编委会制定的“有机化学实验大纲”和“有机化学综合实验大纲”编写的。

本书共包括四大部分。I.有机化学实验的一般知识；II.基本操作与实验；III.有机化合物的性质试验；IV.合成实验。在基本操作中，包括原理、仪器装置和安装（并附装置图）；同时，还安排了5个基本操作实验，为合成实验打好基础。

化工中专“有机化学实验”包括两种教学形式。一种是有机化学课程中安排的实验，它包括I，II中的实验及IV中的2~3个简单合成实验；另一种为集中（综合）实验，它包括IV中的大部分实验，通过单元操作对有机实验技能进行较全面的训练，加强了实践教学。

IV中每种单元操作都编写了两个同类实验，各校可根据具体情况进行挑选。凡打有*号的实验，均为选做实验，可在第二课堂进行。本书在每个实验后面都附有思考题，加强理论联系实际，提高分析和解决问题的能力。

本书对合成实验进行了精心的挑选，选择毒性小和小型仪器的实验；对实验的关键与安全都作了明确说明与注释。实验中要求学生做到：正确挑选与使用仪器；安装仪器要正确，美观；操作要规范。培养实事求是的科学态度和良好的实验习惯；使学生具有独立从事有机化学实验的能力。

全书基本上采用以国际单位制为基础的计量单位。

本书初稿经1987年8月全国化工中专有机、无机化学实验教材审稿会审定。参加审稿会的有安徽化工学校邓苏鲁，北京化工学校冯蕴华，河北化校马锦疆、周玉英、武汉化工学校黎春南，辽宁石油化工学校王树铭，天津化工学校王玉鑫，兰州化工学校王书林、北京市化工学校徐彩彬等同志。

全书由冯蕴华编写I、II两部分及IV中的部分合成实验，还有附录与实验报告等，马锦疆编写IV中的部分合成实验，黎春南编写III性质试验，最后由冯蕴华统一定稿。由邓苏鲁同志主审。

由于我们水平有限，错误与不足之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者

1988年4月

目 录

I. 有机化学实验的一般知识	1
一、有机化学实验室规则	1
二、有机化学实验室安全知识	1
三、常用的玻璃仪器和其它用品	2
II. 基本操作与实验	7
§ 1. 热浴和冷却	7
§ 2. 熔点的测定	8
§ 3. 蒸馏及沸点的测定	9
§ 4. 分馏	12
§ 5. 重结晶与过滤	13
§ 6. 萃取和分液漏斗的使用	16
§ 7. 干燥	18
§ 8. 回流与搅拌装置	21
§ 9. 减压蒸馏	22
实验一 实验准备工作	25
实验二 熔点的测定*	28
实验三 蒸馏及沸点的测定	29
实验四 简单分馏	31
实验五 固体物质的重结晶*	32
III. 有机化合物的性质试验	34
实验六 甲烷的制备和性质	34
实验七 乙烯、乙炔的制备和性质	36
实验八 醇、酚、醚的性质	40
实验九 醛、酮的性质	43
实验十 羧酸及其衍生物的性质	45
实验十一 含氮化合物的性质	47
实验十二 碳水化合物的性质*	50
IV. 合成实验	53
实验十三 溴乙烷的制备	55
实验十四 溴丁烷的制备	57
实验十五 乙酸乙酯的制备	59
实验十六 乙酸丁酯的制备	61
实验十七 苯磺酸钠的制备	64
实验十八 对甲苯磺酸钠的制备	66

实验十九 乙酰水杨酸（阿斯匹林）的制备	68
实验二十 乙酰苯胺的制备	70
实验二十一 甲基橙的制备	72
实验二十二 邻、对硝基酚的制备	74
〔附〕 水蒸汽蒸馏	77
实验二十三 肉桂酸的制备	79
实验二十四 减压蒸馏精制呋喃甲醛	81
实验二十五 苯甲醇和苯甲酸的制备	82
实验二十六 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	85
附 录	88
一、常用试剂的配制	88
二、常用有机溶剂沸点密度表	88
三、常用酸碱溶液的密度和浓度	89
四、酸碱溶液的配制	90

I. 有机化学实验的一般知识

一、有机化学实验室规则

为了保证实验的顺利进行,培养严谨的科学态度和良好的实验习惯,学生必须遵守下列实验室规则。

1. 实验前,必须做好预习,明确实验目的,熟悉实验原理和实验步骤。未预习不得进行实验。

2. 实验开始前,首先检查仪器是否完整无损,仪器如有缺损,应及时补领登记。再检查仪器是否干净(或干燥),如有污物,应洗净(或干燥)后方可使用,否则会给实验带来不良影响。

3. 实验时,要仔细观察现象,积极思考问题,严格遵守操作规程,实事求是地做好实验记录。

4. 实验时,要严格遵守安全守则与每个实验的安全注意事项。一旦发生意外事故,应立即报告教师,采取有效措施,迅速排除事故。

5. 实验室内应保持安静,不得谈笑,擅离岗位。不许将与实验无关的物品、书报带入实验室,严禁在实验室吸烟、饮食。

6. 服从教师和实验室工作人员的指导,有事要先请假,必须取得教师同意后,方能离开实验室。仪器装置安装完毕,要请教师检查合格后,方能开始实验。

7. 实验时,要经常保持台面和地面的整洁,实验中暂时不用的仪器不要摆放在台面上,以免碰倒损坏。火柴梗、沸石、塞芯、滤纸等应放入废物缸中,不得丢入水槽或扔在地上。废酸、酸性反应残液应倒入室外的废酸缸中,严禁倒入水槽。实验完毕,应及时将仪器洗净,并放入指定的位置。

8. 要爱护公物,节约药品,养成良好的实验习惯。要爱护和保管好发给的实验仪器,不得将仪器携出室外,如有损坏,要填写破损单,经指导教师签署意见后,凭原物领取新仪器。要节约水、电、煤气及消耗性药品。要严格按照规定称量或量取药品,使用药品不得乱拿乱放,药品用完后,应盖好瓶盖放回原处。公用的工具使用后,应及时放回原处。

9. 学生轮流值日,打扫、整理实验室。值日生应负责打扫卫生、整理试剂架上的药品(试剂)与公共器材,倒净废物缸并检查水、电、煤气、窗是否关闭。

10. 实验完毕,及时整理实验记录,写出完整的实验报告,按时交教师审阅。

二、有机化学实验室安全知识

(一) 实验室安全守则

1. 加料前,应检查实验装置是否正确、稳妥与严密,常压操作时,切勿造成密闭系统,否则可能会发生爆炸事故。

2. 使用易燃物质,应尽可能远离火源(甚至将火熄灭)。对易爆炸固体的残渣,必须小心销毁(如用盐酸或硝酸分解重金属块化物)。使用腐蚀性药品如苯酚切勿接触皮

肤。

3. 实验药品均不得入口，有毒药品如重铬酸钾、四氯化碳等，使用时不得接触伤口，也不能随便倒入下水道，以免污染环境。实验完毕，必须认真洗手。

4. 装配仪器时，若塞孔过紧，一定不要勉强塞入，以免将手戳伤。玻璃管插入塞孔时，要抹少量水（或甘油），操作时两手要靠近，应旋转插入而不要压入，否则也会将手戳伤。

5. 使用电器设备时，不能用湿手去拿插头。为了防止触电，电器设备的金属外壳应接地线。调压器的输入与输出端一定不能接反，否则会烧坏设备甚至造成火灾！实验完毕，必须先切断电源后，再拆接线。

6. 熟悉灭火器、砂箱以及急救药箱的放置地点及其使用方法。

（二）实验室事故的处理

1. 火灾的处理。一旦发生着火事故，要保持镇静。首先拉下电闸并迅速移开附近的易燃物，熄灭附近的火源。少量有机溶剂着火，可用湿布，石棉布盖熄，玻璃仪器内溶剂着火时，最好用大块石棉布盖熄，而不用砂土灭火，以防打碎仪器引起更大面积着火。切记不可用水灭火，若火势较大，则使用泡沫灭火器灭火。电器设备着火，应先拉下电闸，再用四氯化碳灭火器（一定要注意通风，以防中毒！）或二氧化碳灭火器灭火，灭火时，应从火的四周开始向中心扑灭。

衣服着火时，应立即脱下着火衣服，将火闷熄，切勿惊慌乱跑，以防火焰扩大。情况危急时，也可就地打滚，盖上毛毯，或用水冲淋，使火熄灭。

2. 玻璃割伤。当伤口内有玻璃碎片时，应先取出，再用水洗净伤口，然后抹上红汞并包扎。如伤口较深，流血不止时，可在伤口上下10cm处用纱布扎紧，以减慢流血，并立即去医院就诊。

3. 酸、碱灼伤。当酸液或碱液灼伤皮肤时，应立即用大量水冲洗。酸液灼伤再用1%碳酸氢钠溶液洗，碱液灼伤则用1%硼酸溶液洗，最后都再用水洗，然后，在灼伤处涂上药用凡士林。

酸液或碱液溅入眼内，处理方法同上，并及时去医院就诊。

4. 烫伤。一般涂以烫伤油膏如蓝油烃等。

（三）急救用具

1. 消防器材：泡沫灭火器，四氯化碳灭火器，二氧化碳灭火器，石棉布，黄砂等。

2. 急救药箱：碘酒，红汞，紫药水，甘油，凡士林，烫伤药膏，70%酒精，3%双氧水，1%醋酸溶液，1%硼酸溶液，1%碳酸氢钠溶液，绷带，纱布，棉花签，药棉，橡皮膏，医用镊子，剪刀等。

三、常用的玻璃仪器和其它用品

（一）普通玻璃仪器（如图1-1所示）

（二）标准磨口仪器

有机化学实验室常用带标准磨口的玻璃仪器（简称标准磨口仪器），使用磨口仪器，实验中可省去配塞子、钻孔等多项操作，比普通玻璃仪器使用方便。并能提高产物的纯度。

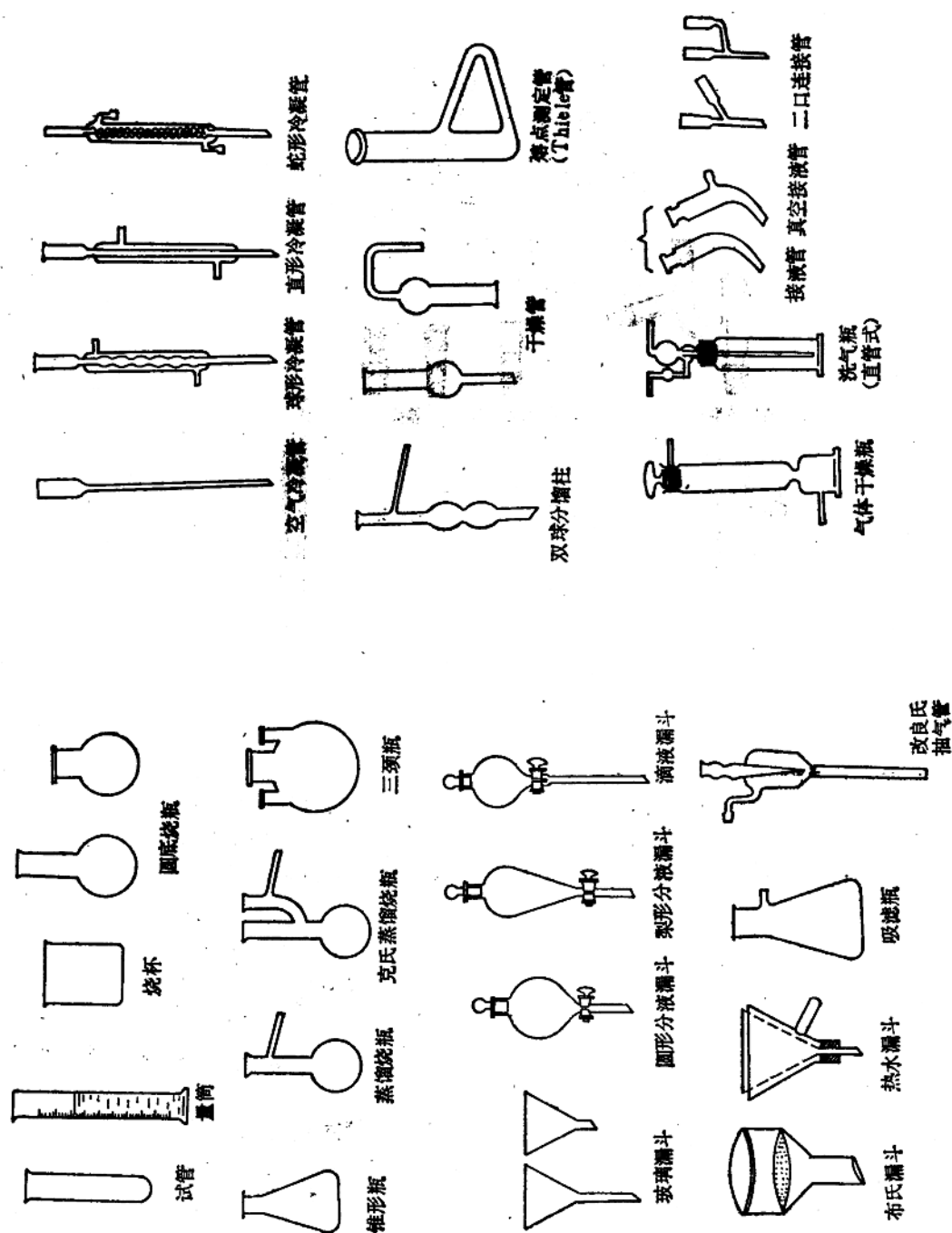


图 1-1 普通玻璃仪器

常用的标准磨口仪器如图1-2所示。

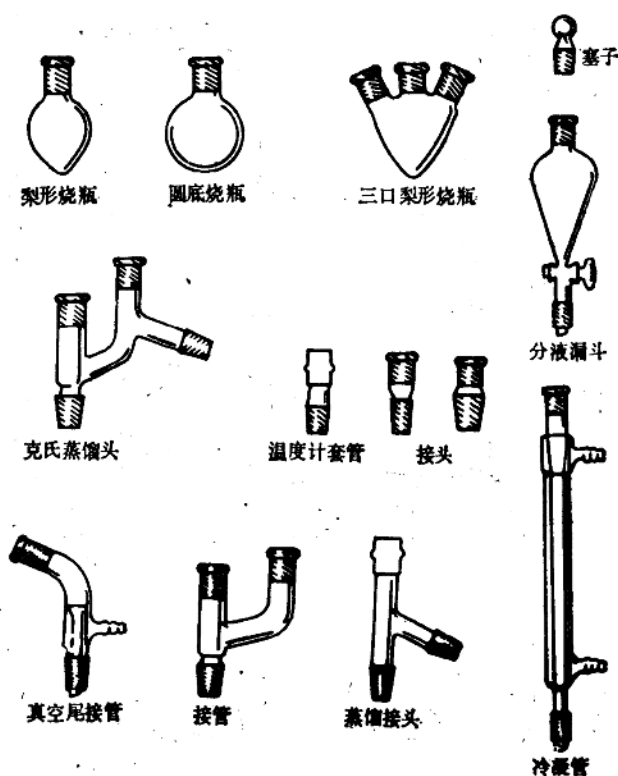


图 1-2 标准磨口仪器

标准磨口仪器的磨口，采用国际通用的1/10锥度（即磨口每长10个单位，小端直径比大端直径缩小一个单位），由于磨口的标准化、通用化，凡属相同号码的接口可以任意互换，可按需要组装各类实验装置。不同编号的内外磨口则不能直接相连，但可借助于不同编号的磨口接头而相互连接。

常用标准磨口有10、14、19、24、29、34等多种。如“14”即表示磨口大端直径为14mm。

使用磨口仪器应注意以下几点。

1. 磨口必须保持洁净，不能有灰尘和砂粒。磨口不能用去污粉擦洗，以免影响其精密度。
2. 一般使用时，磨口不必涂润滑脂，以防磨口连接处因碱性腐蚀而粘连，造成拆卸困难。
3. 安装实验装置时，要求紧密、整齐、端正、美观。
4. 实验完毕，立即拆卸、洗净、晾干并分开存放。由于磨口仪器价格较贵，在使用和保管上更要小心仔细。

（三）其它用品（如图1-3所示）

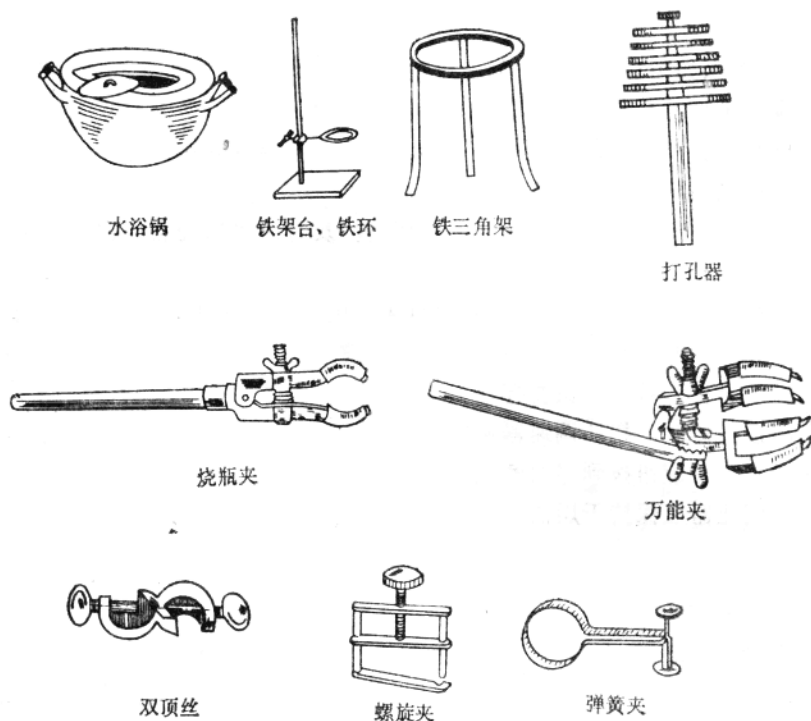


图 1-3 其它用品

(四) 电学仪器

1. 电热套(如图1-4所示) 在玻璃纤维的半球形下面埋着电热丝, 是一种改装的电炉, 为非明火加热, 使用安全方便。

电热套的指示灯在电压为110~220V会变亮, 否则电热套已不能加热。常用的规格为100、250、500ml等。

2. 调压器(如图1-5所示) 与电热套配套使用, 通过调节电压的高低来调节电热套的加热温度。调压器的输入端与电源相接, 输出端与加热套相连接, 切忌勿接反, 否则会烧坏电机甚至酿成火灾。

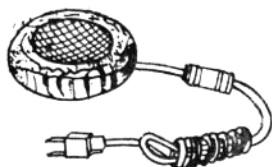


图 1-4 电热套

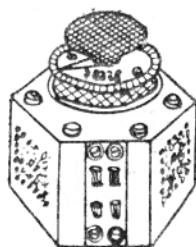


图 1-5 调压器

常用规格为0~20V。升温时, 电压必须慢慢增大, 停止加热, 应先将旋钮拨回零再

断电。

3. 万用电炉（如图1-6所示） 靠一条电阻丝通上电流产生热量，进行加热。电炉的电压应与电源电压相符，其功率为500、600、800、1000W等。

加热容器是金属制品时，应垫一块石棉网，防止金属容器触及电炉丝，发生短路和触电事故（一般加热玻璃仪器也需垫上石棉网）。

电炉的耐火砖炉盘凹槽中，要经常保持清洁，及时清除灼烧焦糊物，以保持炉丝导电良好。

4. 电动搅拌器（如图1-7所示） 它由机座、电动机、调速器三大部分组成，电动机主轴配有搅拌轧头，通过它将搅拌棒轧牢。电动搅拌器可使互不相溶的反应增加接触，加速反应进行。是一种有效的机械搅拌。

开动电动搅拌器时，扭动调速器旋钮，逐渐加快搅拌速度，不要启动太快，以防发生事故。关闭时，应将旋钮拨到零再断电。

电动机、调速器应保持干燥清洁，防止受潮及酸性气体的腐蚀，轴承部分应经常加润滑油。

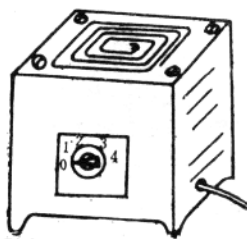


图 1-6 万用电炉

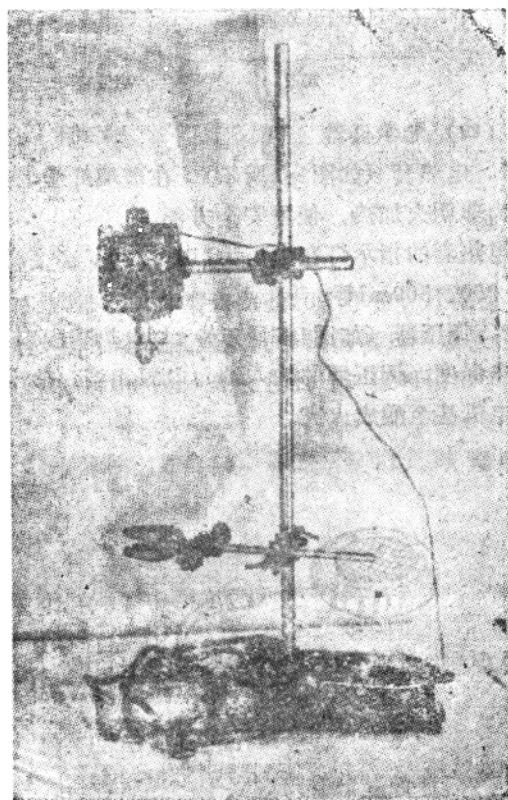


图 1-7 电动搅拌器

II. 基本操作与实验

§1. 热浴和冷却

一、热浴

为了使反应物受热均匀,防止局部过热而发生分解,在实验中常采用热浴间接加热,热浴有水浴、油浴、砂浴等。

1. 水浴 用于加热低于 80°C 的反应。水浴锅上附有环形圈,可根据容器大小来选择,容器应浸入水中,但容器不能接触锅底。反应中使用金属钠或钾时,不可使用水浴加热,以免发生危险。

2. 油浴 加热温度可达 220°C 。常用的油为植物油(如菜油、豆油等),液体石蜡及硬化油(如氢化棉子油)。使用油浴时,要特别小心,防止着火。操作时应注意以下几点。

(1) 油锅上面盖上两个半圆形的石棉板,中间留一圆孔,恰好放入烧瓶,以防油浴燃烧或溅入水滴,将爆溅甚至引起着火。

(2) 油浴中悬挂一支温度计,以便控制油温,油温应比反应液的温度约高 20°C 。

(3) 油量不宜过多,一般约放入油锅容量的 $1/2$ 。

(4) 停止加热时,将烧瓶提离油浴液面,用铁夹把它悬空夹住,待烧瓶外壁粘附的油流尽后,再用布或纸将粘附瓶壁的油擦净。

(5) 油浴发生着火,首先关闭火源,再用大块石棉布将火闷灭,切记勿用水或砂灭火,否则会造成火势蔓延。

3. 砂浴 它加热温度可达 $350\sim 400^{\circ}\text{C}$ 。一般常用一个铁盘并装入干燥的细砂。将容器的一半埋在砂中,底部砂层应较薄,以利于传热;四周的砂层应较厚,以利于保温。砂浴中应插入温度计,并且温度计的水银球要紧靠容器,以便于控制容器的温度。使用砂浴时,铁盘下面的桌面要铺石棉板或湿抹布,以防将桌面烤焦。

二、冷却

为了及时排除某些有机反应放出的大量热量,使反应温度控制在一定的范围,必须边反应边冷却;对于一些低温反应(例如重氮化反应)必须使用冷却剂,使反应维持在低温进行。蒸馏低沸点有机物时,为了减少产品的挥发,也需要进行冷却;在重结晶时,为了降低固体有机物在溶剂中的溶解度,使结晶充分析出,采用冷却是有效的方法。

冷却的方法是将盛有反应物的容器浸入冷却剂中,最常使用的冷却剂是碎冰和水的混合物(称冰水浴),其冷却效果较冰好,因为它与容器的接触面积较大。在 0°C 以下进行的有机反应,则需使用碎冰和无机盐的混合物为冷却剂(称冰盐浴),无机盐需先研细,在不断搅拌下与碎冰混匀。冷却温度可达 $-5\sim -18^{\circ}\text{C}$ 。

下表列出各种冰盐冷却剂及其冷却最低温度。

盐 类	g盐/100g冰	最低温度, °C
NH ₄ Cl	25	-15.4
NaNO ₃	50	-17.7
NaCl	33	-21.3
CaCl ₂ ·6H ₂ O	100	-29
CaCl ₂ ·6H ₂ O	143	-55

固体二氧化碳(干冰)亦可作低温冷却剂,它与乙醇、乙醚、丙酮的混合物,可冷却至-50~-78°C。为了保持干冰的冷却效果,常把它保存在广口保温瓶(或称杜瓦瓶)中,上面盖层棉花,以减少其蒸发。

§ 2. 熔点的测定

(一) 原理

固体有机物加热到一定的温度,就从固态转变为液态,此时的温度,即为该物质的熔点。严格地说,熔点是固液两相在大气压力下,平衡共存时的温度。物质自初熔至全熔的温度范围称为熔点范围(又称熔距或熔程)。纯的有机物有固定的熔点,熔距很小,仅0.5~1.0°C。如其中含有少量杂质,熔点一般会下降,熔距显著增大。由于熔点是鉴定固体有机物的重要常数,也是判断化合物纯度的指标,因此,测定固体有机物的熔点就具有重要的意义。

在鉴定某未知物时,如测得其熔点和某已知物的熔点相同(或相近)时,不能认为它们为同一种物质。还需把它们混合,测该混合物的熔点,若熔点仍不变,才能认为它们为同一物质。否则,混合物熔点降低,熔距增大,则说明它们仍属不同的物质。故此种混合熔点试验,是检验两种熔点相同(或相近)的有机物,是否为同一种物质的最简便的物理方法。

大多数有机物的熔点都在400°C以下,较易测定。但也有一些有机物在其熔化前就发生分解,只能测得其分解点。

测熔点较常用的方法是毛细管(即Thiele熔点测定管)法。此种方法的优点是仪器简单,方法简便,药品用量少,节省时间等。缺点是管内温度分布不均匀,测得熔点不很准确,通常略高于真实的熔点。

(二) 仪器装置及安装

1. 毛细管的制备 取拉制好的毛细管,选内径为1~1.5mm的部分,截取长约2×70mm的一段,两端都用小火熔封。熔封时,将毛细管呈45°角在酒精灯火焰的边沿处,一边烧一边来回转动。封口处不应有较厚的粒点形成,但必须封死。然后从毛细管中央轻轻截断,即得两根毛细管。

2. 样品的填装 取0.1g样品,放在干净的表玻璃上,用玻璃钉研成粉末,聚成小堆。将毛细管开口一端倒插入样品堆中,样品即被压入管内。再取一根长约40cm的玻璃管,直立在俯放的表面皿上,将毛细管开口向上,自玻璃管上端自由落下,毛细管碰到表面皿后,因弹性而在玻璃管内上下跳动,此时样品被紧紧填入管底,如图2-1。重复上述操作几次,至毛细管底的样品高约2~3mm为止。装入的样品要求均匀、紧密、结实。

目的是使传热迅速、均匀。样品中如有空隙，则不易传热。

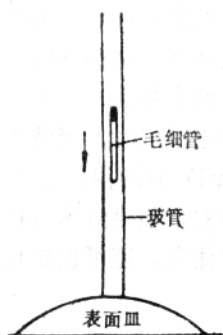


图 2-1 样品的填装



图 2-2 熔点管附在温度计上的位置

同一样品，需装好三支毛细管，供测定使用。

3. 仪器的安装 将Thiele熔点测定管（又称b形管）夹在铁架台上，其中装入甘油或浓硫酸等高沸点液体（称作浴液）。液面高出上侧管约0.5cm（浴液受热膨胀，故不能多装）。熔点测定管口配一缺口单孔胶塞，用于固定温度计（见图2-3），并使温度计水银球的中点，恰好位于熔点测定管的两侧管口的中间。已装样品的毛细管利用液体的粘性，使它附着在温度计旁，或用皮圈套在温度计上（橡皮圈应置于浴液之上）毛细管中的样品应处于温度计水银球的中间，如图2-2。整个装置如图2-3。

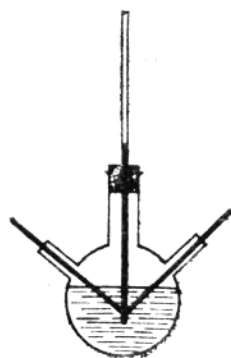
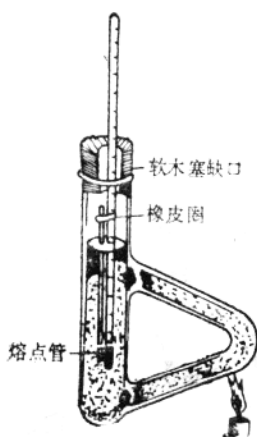


图 2-3 熔点测定装置

§ 3. 蒸馏及沸点的测定

（一）原理

蒸馏是将液态有机物加热到沸腾状态，使该液体变成蒸气，又将蒸气冷凝为液体的过程。通过蒸馏不仅可以除去不挥发性的杂质，而且还可以分离沸点相差较大（一般在30℃

以上)的液体混合物,故蒸馏是分离和提纯液态有机物最常用的方法之一。

加热液态有机物时,随温度升高其蒸气压增大,当液体的蒸气压等于外界大气压时,就有大量气泡从液体内部逸出,即液体沸腾,此时的温度即为液体的沸点。液体的沸点随大气压而变化,通常说的沸点是指在1大气压下的沸点。纯液态有机物沸腾时,蒸气和液体处于平衡状态,而且蒸气和液体的组成保持不变,因此,在整个蒸馏过程中,温度保持恒定,故蒸馏可用于测定纯液态有机物的沸点。用蒸馏方法测定沸点时,接液管开始滴下第一滴液体的温度为初馏温度,蒸馏接近完毕(残液应剩约1ml)时的温度为末馏温度,两个温度之差称沸程。纯液态有机物的沸程很小,仅 $0.5\sim 1.5^{\circ}\text{C}$ 。如果液体有机物中混有杂质,其沸点就会有所变化,同时沸程变大。因此通过沸点的测定,还可以定性地鉴定液态有机物的纯度⁽¹⁾。

通过蒸馏来测定沸点的方法称常量法,此方法需用较多的样品(10ml以上)。若样品较少时,可采用微量法测定。

蒸馏前,应加入助沸物如沸石或瓷环,以形成气化中心,防止过热现象(或爆沸)并使沸腾平稳的进行。助沸物一般是表面多孔吸附有空气的物质。切记不能在加热过程中补加沸石,否则会引起液体爆沸,造成意外事故。

(二) 蒸馏装置

蒸馏装置主要由气化、冷凝和接收三大部分组成。如图2-4所示。

1. 蒸馏烧瓶(又称支管烧瓶) 支管用于导出蒸气。它的大小应与被蒸馏液体量的多

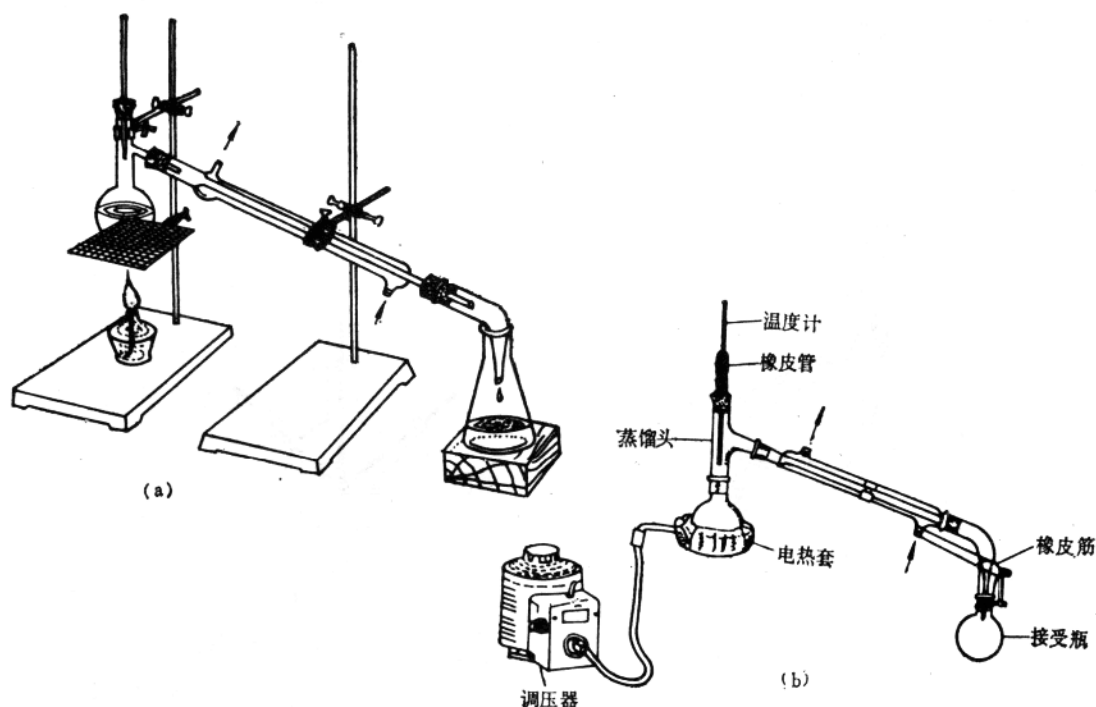


图 2-4 蒸馏装置

(a) 普通蒸馏装置; (b) 标准磨口蒸馏装置

少相适应，装入液体的体积应相当于蒸馏烧瓶容积的 $1/3 \sim 2/3$ 。如装的液体量过多，沸腾时液体有可能从支管冲出，结果造成返工；如装入液体量太少，蒸馏完毕将有较多残液留在瓶底，造成产品的损失。在蒸馏低沸点液体时，应选用长颈蒸馏烧瓶；而蒸馏高沸点液体时，则应选用短颈蒸馏烧瓶。

2. 温度计 温度计应根据被蒸馏液体的沸点来选择，若液体沸点低于 100°C ，可选用 100°C 温度计，否则应选取 $250 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 的水银温度计。

3. 冷凝管 冷凝管的种类较多，有水冷凝管和空气冷凝管两大类。被蒸馏液体的沸点在 140°C 以下，用水冷凝管；如沸点在 140°C 以上，则使用空气冷凝管。水冷凝管又按照其形状可分为直形、球形、蛇形三种类型。普通蒸馏中，常使用直形水冷凝管。

4. 接液管与接受瓶 接液管将冷凝的液体导入接受瓶中，常压蒸馏应使用锥形瓶为接受瓶。

蒸馏低沸点液体（如乙醚）时，应使用带支管的接液管，或采用吸滤瓶为接受瓶，以减少液体的挥发。如图2-5。如果馏出物易挥发、易燃，则可在吸滤瓶（带支管接液管）上连接一长橡皮管，通入水槽（或引到地面）。

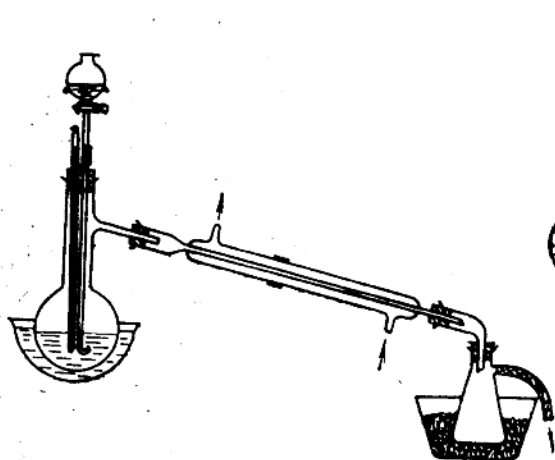


图 2-5 低沸点液体的蒸馏装置

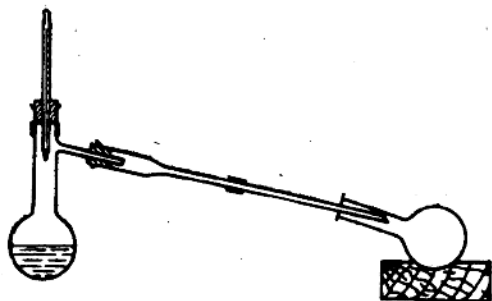


图 2-6 高沸点液体的蒸馏装置

高沸点液体蒸馏应使用空气冷凝管，如图2-6。

(三) 仪器的安装

首先选择好热源，上下水的位置，放好铁架台（面对操作者）、三角架、石棉网与电热套。仪器安装的顺序是：先下后上，从左到右。取一个干燥的 100ml 蒸馏烧瓶座入电热套内，用铁夹夹住烧瓶的颈口（受热最少的部位）。温度计通过塞子插入烧瓶中，其位置为：温度计水银球的上端应与烧瓶支管的下缘处在同一水平线上。如图2-7。

这样在蒸馏时，温度计的水银球才能完全被沸腾的蒸气所包围，正确的测出蒸馏液的沸点。另取一个铁架台，用冷凝管夹将一支冷凝管固定于铁架台上，应夹住冷凝管的中部。调节十字夹，使冷凝管的位置与蒸馏烧瓶的支管在同一轴线上^[2]，如图2-8所示。然后松开冷凝管夹，使冷凝管沿此轴线移动和蒸馏瓶的支管相连，支管的管口应伸出胶塞 $2 \sim 2.5\text{cm}$ （到达冷凝管上部的中间）^[3]。冷凝管的外管通入冷却水，蒸气自上而下，水自下而上，两者逆流以提高冷却效果。冷凝管的下端通过塞子与接液管相连，接液管的下端