

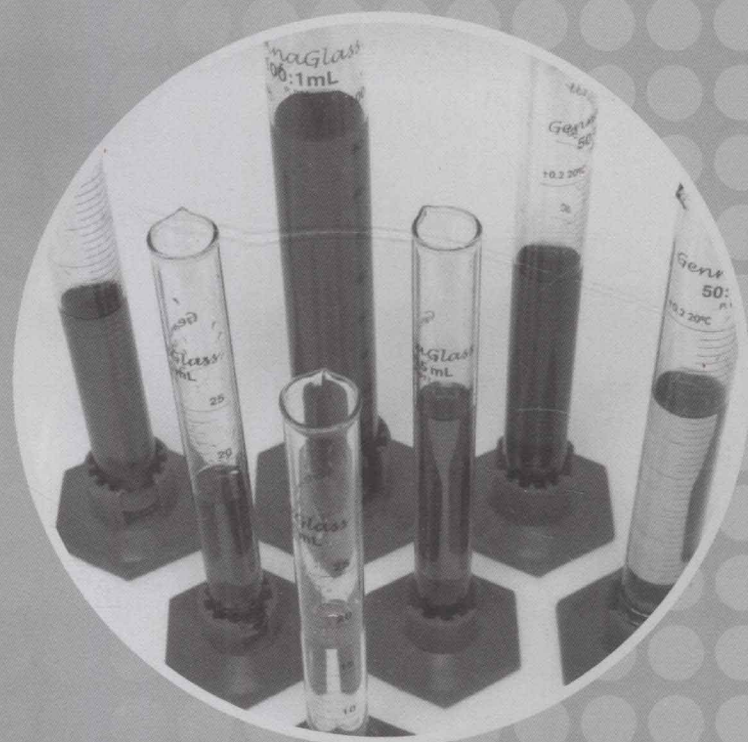
高等学校实验课系列教材

简明有机化学 实验

JIANMING YOUJI HUAXUE SHIYAN

邹立科 谢 斌 主编

EXPERIMENTATION



重庆大学出版社

<http://www.cqup.com.cn>

简明有机化学实验

邹立科 谢 斌 主编

重庆大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

简明有机化学实验/邹立科,谢斌主编. —重庆:
重庆大学出版社,2010.7
(大学实验课系列教材)
ISBN 978-7-5624-5485-4

I. ①简… II. ①邹…②谢… III. ①有机化学—化
学实验—高等学校—教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 108117 号

简明有机化学实验

邹立科 谢 斌 主编

策划编辑:彭 宁

责任编辑:文 鹏 廖 强 版式设计:彭 宁

责任校对:贾 梅 责任印制:赵 晟

*

重庆大学出版社出版发行

出版人:邓晓益

社址:重庆市沙坪坝正街 174 号重庆大学(A 区)内

邮编:400030

电话:(023) 65102378 65105781

传真:(023) 65103686 65105565

网址:<http://www.cqup.com.cn>

邮箱:fxk@cqup.com.cn (营销中心)

全国新华书店经销

重庆大学建大印刷厂印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:7.5 字数:187 千

2010 年 8 月第 1 版 2010 年 8 月第 1 次印刷

印数:1—3 000

ISBN 978-7-5624-5485-4 定价:15.00 元

本书如有印刷、装订等质量问题,本社负责调换

版权所有,请勿擅自翻印和用本书

制作各类出版物及配套用书,违者必究

前言

本书主要根据普通高等院校理工科有机化学实验教学的现状,结合普通高等院校的具体情况和多年的实验教学经验编写而成。

有机化学实验是化学、化工、材料、生物、轻工、食品等专业本、专科学生必修的一门基础实验课程。随着高等教育模式的改革和发展,整个化学类基础课程体系有较大的调整,为了突出实验课程在人才培养中的重要作用,实验课已由过去从属于理论课的状态逐渐过渡到单独设课,与理论课并重。但同时,实验和理论课程的课时都有较大幅度减少。如何在有限的教学时间和实验项目中,让学生掌握有机化学实验的基本内涵和特点,培养学生的实验技能和动手能力,为后续的专业实验课程奠定良好的基础,满足素质教育的要求,是我们在教学过程中一直思考和探索的课题。

为此,我们将已使用多年并反复修改的《有机化学实验》讲义进行了补充、完善,并改编成书。本书内容包括:实验基本知识、实验技术和基本操作、制备实验和附录四部分。本书具有以下特点:

第一,突出基本技能培养和操作训练。编者在教学中发现,不少学生在专业实验课程和毕业论文阶段,表现出实验技能缺乏、基本操作不规范等问题。在改编此书时,对常规有机化学实验中所接触到的基本技能和操作,都做了详细介绍,并融入了编者多年的经验和心得,相信会给学生带来帮助。

第二,实验项目的安排摒弃了单纯的基本操作实验,将技能培养和操作训练融入到基础制备实验中;实验项目的选取尽量覆盖有机化学主要和重要的反应,且充分考虑实验的安全性和环保性。

第三,考虑到分析测试技术的日益发展,为了精简内容,突出重点有机化合物的性质实验和定性分析实验的内容没有编入本书。

第四,进一步丰富附录的内容,方便学生随手查阅实验中常用的常数和性质,减少查阅手册的不便;特别是编入了非常详实的有毒化学品基本知识,让学生了解常见化合物和实验所接触试剂的危害,从而更好地完成实验和研究。

本书的编写和修订得到四川理工学院化学与制药工程学院的大力支持,有机化学教研室的徐斌、蒋维东、冯建申、王军、肖正华等老师对本书的编写提出了许多宝贵意见,全书由李建章教授审阅并提出修订意见。本书的编写还得到四川理工学院教材建设项目经费的资助,也得到重庆大学出版社的大力支持。在此,谨表谢意!

限于编者的水平,书中难免有不妥和遗漏之处,请读者不吝指正。

编 者
2010 年 4 月

目 录

第1部分 有机化学实验的基本知识	1
一、有机化学实验课程的目的	1
二、有机化学实验课程的要求	1
三、有机化学实验的基本知识	5
四、化学实验常用的玻璃仪器	8
五、化学试剂的规格、存放及取用	12
六、加热和冷却	15
七、玻璃工操作	18
八、塞子钻孔	20
九、气体钢瓶、减压阀及使用	21
第2部分 有机化学实验的实验技术和基本操作	23
一、有机化学反应的实施	23
实验1 回流和搅拌	23
二、有机化合物的分离提纯	25
实验2 固液分离	25
实验3 重结晶	28
实验4 升华	30
实验5 萃取和洗涤	31
实验6 有机化合物的干燥	33
实验7 蒸馏	36
实验8 分馏	38
实验9 减压蒸馏	42
实验10 水蒸气蒸馏	44
实验11 薄层色谱和柱色谱	46
三、有机化合物的物理常数测定	51
实验12 熔点测定	51
实验13 沸点的测定	54
实验14 折射率测定	54

实验 15	旋光度测定	56
第 3 部分	有机化合物的制备实验	59
实验 1	环己烯的制备	59
实验 2	1-溴丁烷的制备	60
实验 3	苯乙酮的制备	62
实验 4	正丁醚的制备	64
实验 5	苯甲酸的制备	66
实验 6	肉桂酸的制备	67
实验 7	乙酸乙酯的制备	68
实验 8	双酚 A 的制备	70
实验 9	己二酸的制备	72
实验 10	邻苯二甲酸二正丁酯的制备	73
实验 11	从茶叶中提取咖啡因	75
实验 12	由苯胺制备对硝基苯胺	76
实验 13	2-甲基-2-己醇的制备	79
实验 14	甲基橙的制备	81
附 录		83
A.	常见元素相对原子质量表	83
B.	常用酸碱溶液相对密度和组成表	84
C.	实验室常用溶剂的性质	87
D.	常用有机溶剂的纯化方法	88
E.	有毒化学品基本知识	95
F.	常见基团和化学键的红外吸收特征频率	103
G.	常见质子的 ¹ HNMR 化学位移	106
H.	常见共沸混合物的沸点及组成	108
参考文献		110

第 **I** 部分

有机化学实验的基本知识

一、有机化学实验课程的目的

有机化学是一门以实践为基础的学科,已发展到理论与实验并重的发展阶段。有机化学实验是高等理工院校的化学、化工、制药、生工、材料、轻化、食品和环境工程等专业必修的一门基础实验课程。通过有机化学实验课程的教学要达到以下目的:

①使学生逐步熟悉和掌握化合物的制备、分离和表征方法,加深对化学基本理论和基本知识的理解和掌握,培养学生通过实验获得新知识的能力。掌握熔点和沸点测定、常压蒸馏、分馏、水蒸气蒸馏、回流、萃取、重结晶等基本操作技能;并能根据实验要求,设计合理的分离提纯方法,及时发现并解决实验中出现的問題。

②培养学生学会细致观察现象,正确记录实验数据和现象以及归纳、综合、正确处理数据、用文字表达实验结果的能力,培养学生严肃认真、实事求是的科学态度和良好的科学作风,以及综合解决问题的能力。

③培养学生分析问题、创新意识和实践与应用的能力,为学生从事化学、化工以及相关领域的科学研究和技术开发工作打下扎实的基础。

④逐步培养学生科学的思维方法和团结协作的工作精神,养成良好的实验室工作作风。

二、有机化学实验课程的要求

为了更好地完成实验,除了需要正确的学习态度外,还需要有正确的学习方法。学生需要在三个环节严格要求自己:

1. 重视课前预习

实验课前必须要认真预习,明确实验目的与要求,了解实验原理、方法、实验内容和实验注意事项,做到心中有数。在预习的基础上写出预习报告(对综合性和设计性实验要写出设计方案),预习报告的主要内容包括:简明扼要地写出实验目的,用框图或箭头等符号表示实验

步骤,查阅出有关化合物的基本物化性质(熔点、沸点、折光率、密度、溶解性、毒性与安全性等)数据,设计好数据的记录格式。实验预习的好坏对实验效果起决定性的作用,未预习或未达到要求的学生都必须重新预习,经指导教师检查认可后,方可进行实验。

2. 认真实验

在教师指导下独立地进行实验是实验课程的主要教学环节,也是训练学生正确掌握实验技术,实现化学实验目的的重要手段。实验时,原则上应根据实验教材上所提示的方法、步骤和试剂进行操作,涉及性实验或对一般实验提出新的实验方案,必须与指导教师讨论、修改和定稿后方可进行实验。并要求做到以下几点:

①认真操作,细心观察,如实而详细地将实验现象和实验数据记录在实验预习与记录本上,不得将数据记录在小纸片上或实验教材的空白处,不得随意涂改实验数据。

②如果发现实验现象与理论不相符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查原因,通过必要手段重做实验,有疑问时力争自己解决问题,也可与同学小声讨论或询问指导教师。

③实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室工作规则,注意安全。

④实验结束后,洗净仪器,整理药品和实验台,并将实验预习与记录本交指导教师签字认可后,方可离开。

3. 独立撰写实验报告

每次实验完毕后,要独立写出实验报告,实验报告要求文字清楚、整齐,表达要简明扼要。实验报告的内容应包括实验目的、原理、实验步骤、实验装置示意图、实验现象和数据记录、数据处理以及结果与讨论等。结论或数据处理需要根据实验现象作出简明解释,写出主要的反应方程式,作出小结或最后得出结论。若有数据计算,务必将所依据的公式和主要数据表达清楚,数据用列表或作图形式表示。实验报告中可以针对实验中遇到的疑难问题,对实验过程中发现的异常现象,或数据处理时出现的异常结果展开讨论,提出自己的见解,分析实验误差产生的原因,也可对实验方法、实验教学和实验内容等提出自己的意见或建议。

附:有机化学实验报告模板

溴乙烷的制备

一、实验目的

【主要包括以下内容:实验的基本原理;需掌握哪些基本操作;进一步熟悉和巩固的已学过的某些操作。】

1. 了解以醇为原料制备饱和一卤代烃的基本原理和方法。
2. 掌握低沸点化合物蒸馏的基本操作。
3. 进一步熟悉和巩固洗涤和常压蒸馏操作。

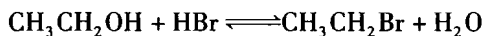
二、实验原理

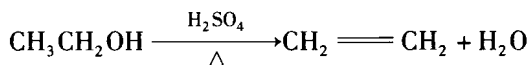
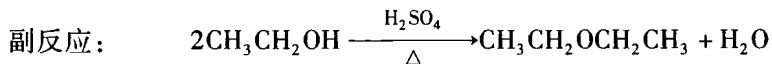
【本项内容在写法上应包括以下两部分内容】

1. 文字叙述要求简单明了、准确无误、切中要害。
2. 主、副反应的反应方程式。

用乙醇和 $\text{NaBr}-\text{H}_2\text{SO}_4$ 为原料制备溴乙烷是典型的双分子亲核取代反应 $\text{S}_{\text{N}}2$ 反应,因溴乙烷的沸点很低,在反应时可不断从反应体系中蒸出,使反应向生成物方向移动。

主反应: $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{HBr} + \text{NaHSO}_4$





三、实验仪器和试剂

【仪器的规格、药品用量按实验中的要求列出即可。】

【物理常数包括:主要原料、主要产物与副产物的性状、分子量、熔点、沸点、相对密度、折光率、溶解度等,最好用表格形式列出,有单位的物理常数必须给出具体单位。查物理常数的目的不仅是学会物理常数手册的查阅方法,更重要的是,知道物理常数在某种程度上可以指导实验操作。例如:相对密度可以帮助判断在洗涤操作中哪个组分在上层,哪个组分在下层;溶解度可以帮助正确地选择溶剂和选择后处理分离提纯方法。】

具体(略)。

四、实验装置图

【画实验装置图的目的是进一步了解本实验所需仪器的名称、各部件之间的连接次序;基本要求是横平竖直、比例适当;且用铅笔共整、按比例绘制。】

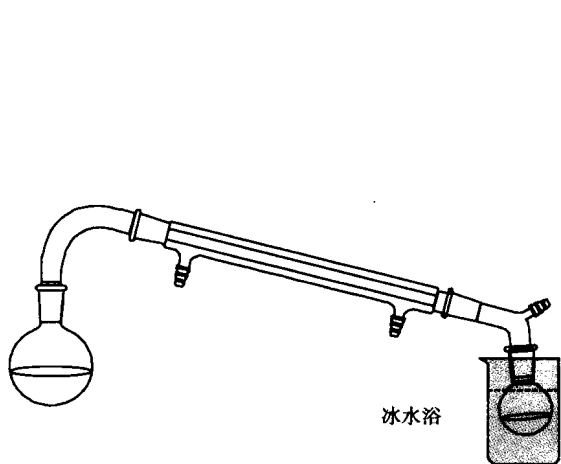


图 1-1 反应装置图

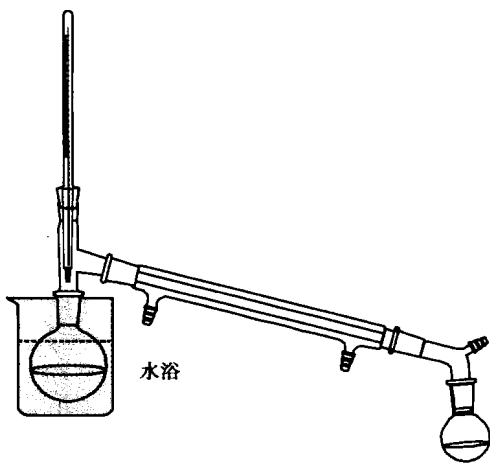


图 1-2 蒸馏装置图

五、实验操作示意流程

【实验操作示意流程通常用框图形式来表示(如图 1-3 所示),其基本要求是简单明了、操作次序准确、突出操作要点和难点。】

六、试验结果及产率计算

【给出实验结果:产品的性状、外观和产量。产率计算用实际产量除以理论产量。理论产量根据主反应的反应方程式计算出,计算方法是以相对用量最少的原料为基准,按其全部转化为产物来计算。】

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

七、实验结果讨论

【实验讨论主要是针对产品的产量、质量进行讨论,找出实验成功或失败的原因,总结经

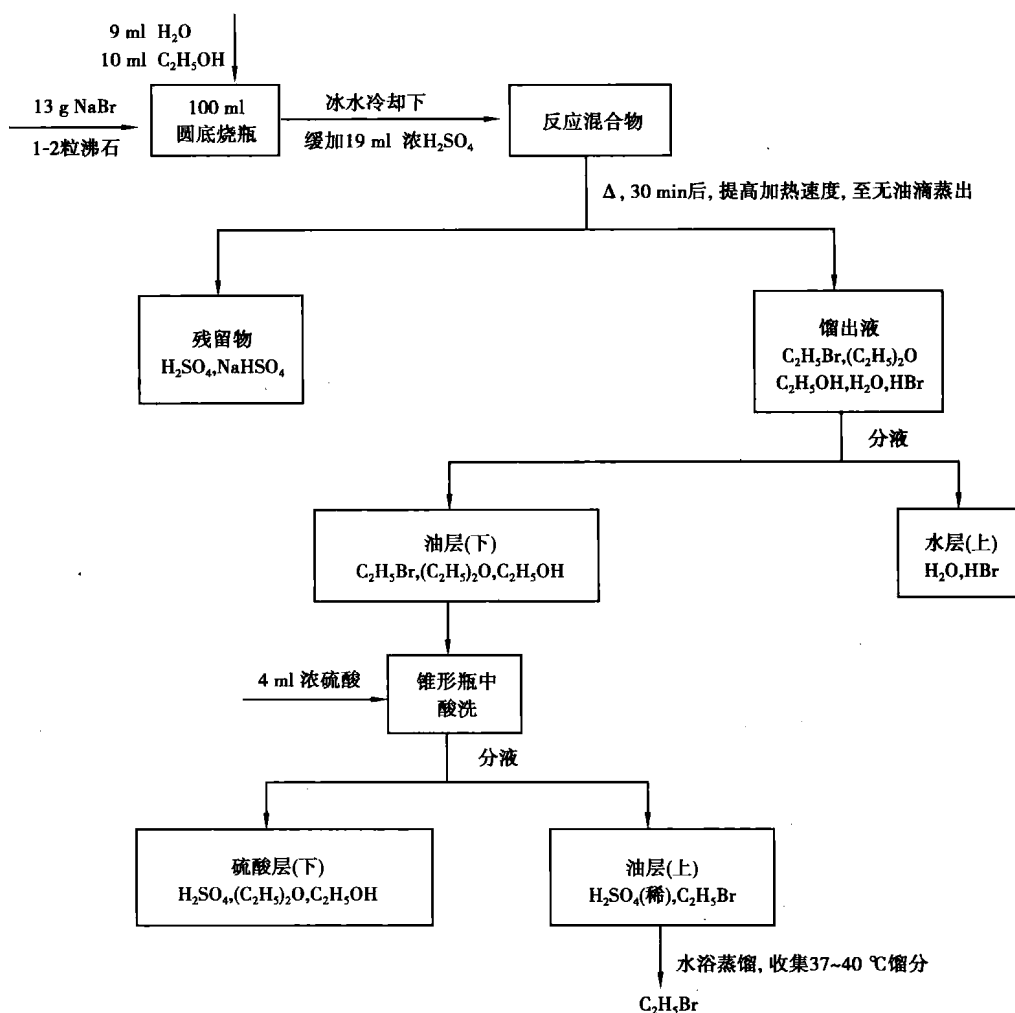


图 1-3 流程图

验和教训。】

本次实验得到无色透明液体 2.5 g (产率 64%), 质量基本合格。

实验过程中得到的粗产品略带黄色, 是因为加热太快温度过高, 溴化氢被硫酸氧化生成溴所致。

分液时操作不熟练, 未能及时关闭活塞, 有少量油层损失。

浓硫酸洗涤时发热, 说明粗产物中尚含有未反应的乙醇、副产物乙醚和水。副产物乙醚可能是由于加热过猛产生的; 而水则可能是从水中分离粗产品时带入的。

由于溴乙烷的沸点较低, 因此在用硫酸洗涤时会因放热而损失部分产品。

三、有机化学实验的基本知识

1. 有机化学实验规则

①实验前必须进行充分预习,明确实验目的,了解实验原理以及实验的主要内容;熟悉所用试剂、仪器装置的性能,了解有关操作的正确方法和安全注意事项;在预习的基础上写出预习报告。

②实验中要听从指导教师的指导,做到独立思考、正确操作、仔细观察,并认真如实地记录实验现象和测量数据。

③遵守学习纪律和实验室的规章制度,保持实验室安静,不得擅自离开实验岗位,不进行与实验无关的活动,创造良好的实验环境。

④养成良好的实验习惯,保持实验室的整洁,做到桌面、地面、水槽和仪器四净,严格遵守水、电、气、易燃、易爆及有毒药品的安全使用规则。废液入桶,杂物(如废纸、废沸石、火柴梗等)可先放入烧杯中,实验完后倒入垃圾箱内,严禁将上述物质倒入水槽。

⑤爱护仪器设备,节约水、电、气和化学试剂。

⑥实验数据和实验记录需经指导教师当场审阅后,学生才可离开实验室。根据原始记录,联系理论知识,认真处理实验数据,分析实验中出现的問題,回答思考题,按要求写出实验报告,并按时交指导教师批阅。

⑦实验完毕后,应立即将仪器清洗干净,并妥善放好;共用物品、仪器、工具等要整理好后放回原处;整理实验台、药品架并擦拭干净。

⑧轮流值日。值日要负责整理共用器材,清扫整个实验室,将废液和垃圾倒入到指定的地方;关闭水、电、气阀门,经指导教师认可后方可离开。

2. 有机化学实验安全规则

有机化学实验室经常使用易燃易爆、有毒和腐蚀性化学药品,合成试验大部分仪器都是玻璃仪器,容易破损。因此,在有机实验室常发生割伤、烫伤、烧伤、着火等事故危险。

但这些事故和危险都是可以避免的,只要认真作好实验预习,实验时认真操作,严格遵守操作规范,仔细观察实验现象和积累经验,就能很好地保证实验过程的安全。

安全规则:

①进入实验室首先要了解、熟悉实验室的水、电、气开关及安全用具、防火器等放置地点及使用方法,并不能随意移动位置或移作它用。

②实验时不能戴隐形眼镜,不能穿短裤、拖鞋,最好穿实验服。

③严禁在实验室内吸烟、饮食、大声喧哗和打闹。

④禁止随意混合各种试剂药品,更不能尝试其味道,以免发生意外。注意试剂、溶剂的瓶塞、瓶盖不能搞混。当进行危险性较大的实验时,要采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、防护面罩或橡皮手套等。

⑤实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。实验进行时,不得擅自离开岗位,要经常注意观察仪器有无破裂、漏气、漏水,反应进行是否正常等。

⑥有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内进行。使用强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液

时要特别小心,应避免接触皮肤和溅在衣服上,更要保护好眼睛。

⑦实验室的一切试剂均不得入口,有毒试剂(如氰化物、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸盐等)不得接触伤口,也不能随意倒入水槽,应回收处理。

⑧稀释浓硫酸时,应将浓硫酸缓慢地注入到水中,并不断搅拌,切勿将水倒入到浓硫酸中,以免发生迸溅,造成灼伤。

⑨加热、浓缩液体时要十分小心,不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把眼、脸灼伤。加热试管中的液体时,不能将试管对着自己或别人。

⑩实验室所有仪器和药品(包括制备的产品)不得带出室外,用毕应放回原处。

⑪实验结束后,应整理实验台。关闭水、电、气阀门,要细心洗手后方可离开实验室。

3. 有机化学实验事故的预防、处理和急救常识

(1) 火灾

预防火灾必须注意以下几点:

①使用易燃溶剂如乙醇、乙醚、二硫化碳、苯等以及其他易燃品时,严禁在敞口容器(如烧杯)中存放或加热,要根据溶剂性质选用正确的加热方式,但切勿用明火直接加热。

②加热易挥发性液体或反应中产生有毒气体时,必须在通风橱内进行,或在反应装置出口处接一橡皮管,导出室外。加热易挥发性液体还要注意远离火源。

③易燃及易挥发物,不得倒入废液桶内,量大时,要专门作回收处理,少量时可倒入水槽,用水冲走(与水有猛烈反应的物质则应单独处理)。

着火的处理:

一旦发生着火事故,应沉着镇静及时采取下列措施。首先切断电源,关闭煤气灯或熄灭其他火源,然后将燃烧物与其他可燃物、助燃物迅速隔离,防止火势进一步扩大。同时视燃烧物性质选用适当的灭火方法进行灭火。

①容器内溶剂着火或小范围着火可用石棉布、石棉网、玻璃布、湿毛巾等覆盖着火物,使之与空气隔绝而灭火。对于活泼金属钠、钾等引起的火灾,应用干燥的细沙覆盖灭火。

②若衣服着火,切勿奔跑,可用厚的外衣包裹使其熄灭,火势较大时就地打滚(以免火焰烧向头部),也可以打开附近的自来水开关用水冲淋至火熄灭。

③对于有机溶剂着火时一般不用水进行灭火,这是因为大多数有机溶剂不溶于水且比水轻,若用水灭火,有机溶剂会浮在水面上,反而扩大火势。有些药品(如金属钠、三氯化磷等)与水反应产生可燃、易爆、有毒气体,可能引起更大事故。

④必要时报火警。

化学实验室常备的消防器材及其使用范围如下:

①泡沫灭火器。泡沫灭火器所产生的泡沫(含 CO_2) 在燃烧物表面形成覆盖层,从而封闭其表面,隔绝空气。泡沫灭火器主要用于扑灭不溶于水的可燃液体和一般固体的着火。不适用于轻金属、碱金属及遇水能发生燃烧的物质和带电设备的灭火。

②二氧化碳灭火器。二氧化碳灭火器以液体形式压装在灭火器中。当阀门一开,喷出的二氧化碳迅速气化,从灭火器喷出的是温度很低的气、固二氧化碳,可降低燃烧区空气中的氧含量。当空气中二氧化碳的浓度达到 30% ~ 35% 时,火就会熄灭,同时,喷出二氧化碳的冷却作用也有助于灭火。二氧化碳无毒、不导电,对大多数物质无损坏,故适用于扑灭各种易燃液体和易受水、泡沫、干粉等灭火器污染的物质和带电设备的着火。

③干粉灭火器。干粉灭火剂是由硫酸氢钠(钾)、磷酸铵、氯化钾、碳酸钠的干粉及适量的

润滑剂和防潮剂组成,装在相应的灭火器内。使用时借压缩气体(二氧化碳或氮气)将干粉以雾状流喷向燃烧物。当干粉与火焰接触时,受热分解出不燃气体,稀释燃烧区域中氧气的含量,从而使火焰熄灭。它主要用于各种水溶性和非水溶性可燃液体及一般带电设备的着火。

④1211 灭火器。手提式(BCF)1211 灭火器内装二氟一氯一溴甲烷,并充有 2.94 MPa 压力的氮气。该灭火器质量轻、体积小、灭火率高,其喷射距离为 2~3 m,喷射时间为 6~8 s,可用于扑灭油类、电器、有机溶剂、精密仪器等的着火。

⑤四氯化碳灭火器。四氯化碳灭火器内装液体 CCl_4 , CCl_4 沸点低,相对密度大,不会引起燃烧。使用时,把 CCl_4 喷射到燃烧物的表面, CCl_4 迅速气化,覆盖在燃烧物上而灭火。它主要用于电气设备及汽油、丙酮等的着火,使用时必须注意空气流通,防止因产生光气而中毒。

(2) 爆炸

为避免爆炸事故,应注意下列问题:

①常压加热操作时切勿将反应体系密闭,应使装置与大气相通;减压蒸馏时不可使用锥形瓶或平底烧瓶;加压操作应经常注意体系是否超过安全负荷。否则都可能引起爆炸。

②接触易爆物质(如过氧化物、多硝基化合物等)时,要特别小心。不能加热、剧烈震动和磨擦。使用易爆物质时须在防爆装置中进行,用量不能太大。

(3) 中毒

实验中应防止中毒,须做到以下几点:

①药品不要沾到皮肤上,尤其是剧毒药品。接触这类药品必须戴橡皮手套,操作完后应立即洗手。称量任何药品都应使用工具,不得用手直接接触。嗅闻气体时,应用手将少量气体轻轻煽向自己,不要用鼻子对准气体逸出的管口。

②处理有毒、有害或腐蚀性物质时,应在通风橱中进行,必要时戴上防护用具,尽可能地避免这些物质的蒸气扩散到实验室内,污染工作环境。

③对沾过有毒物质的仪器和工具,实验完后应立即清洗或采取适当措施处理,以破坏或消除其毒性。

④有毒药品应妥善管理,不得乱放。剧毒药品应有专人负责收发,并向使用者提供操作规范及使用注意事项。

⑤一般药品溅到手上,可用水和乙醇洗去。实验者如有轻微中毒症状,应到空气新鲜的地方休息。若中毒症状较严重,如皮肤出现斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大等应及时送医院救治。

(4) 玻璃割伤

玻璃割伤多由于安装仪器时用力过猛或着力点远离连接部位,或仪器口径不合而勉强连接,或玻璃折断面未烧圆滑有棱角等原因造成。如果发生割伤要及时处理,先将伤口处的玻璃碎片取出,若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口,消毒后再贴上创口贴即可。若伤口较大,流血不止,应压迫止血,并及时到医院处理。

(5) 灼伤

皮肤接触高温蒸气、火焰、及高热物体以及低温物质(如干冰、液氮)或腐蚀性试剂等都会造成灼伤。因此,实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物体接触,特别要注意保护眼睛。取用有腐蚀性化学药品时,应戴上橡皮手套和防护眼睛。实验中发生灼伤时,要根据不同情况及时处理。

下面介绍一些受到灼伤伤害时的应急处理方法。

①酸灼伤:如为大量浓酸(如硫酸、硝酸)倾倒或喷溅到皮肤裸露处,应用软布或卫生纸轻

轻沾去,然后再用大量水冲洗,再以 3% ~ 5% 的碳酸氢钠溶液涂洗,最后用水冲洗。

②碱灼伤:立即用大量水冲洗,再以 1% 醋酸液洗,最后用水冲洗。

③溴灼伤:立即用大量水冲洗,再用酒精擦至无溴液存在,然后涂上甘油或烫伤油膏。

④烫伤:轻者立即将烫伤部位浸入冷水或冰水中以减轻疼痛,洗净后涂上红花油。灼伤严重者按上述简单方法处理后,及时到医院治疗。

试剂溅入眼内,任何情况下均要先洗涤,紧急处理后送医院治疗。酸:用大量水冲洗,再用 1% 的碳酸氢钠溶液洗;碱:用大量水冲洗,再用 1% 的硼酸液洗;溴:用大量水冲洗,再用 1% 的碳酸氢钠溶液洗。

(6) 触电

使用电器设备时,不要用湿手或握住湿抹布接触仪器,以免触电,用后应关闭电源,拔下电源插头。不慎触电时,应立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

四、化学实验常用的玻璃仪器

1. 常用玻璃仪器

化学实验中的玻璃仪器分为普通玻璃仪器和标准磨口仪器。

(1) 普通玻璃仪器

常见的普通玻璃仪器有试管、烧杯、烧瓶等,如图 1-4 所示。



图 1-4 常用普通玻璃仪器

图示中的分液漏斗的非标准磨口部件(如旋塞、活塞),不能分开存放,应在磨口间夹上纸条,系上橡皮圈,整套存放。

(2) 标准磨口仪器

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口、磨塞的玻璃仪器。由于口塞尺寸的标准化、系列化,磨砂密合,凡属于同类型规格的接口,均可任意互换,各部件能组装成各种配套仪器,这样一来,可免去选配塞子和钻孔等繁琐手续。有时两种玻璃仪器因规格不同无法直接组装时,可使用变径(口)接头(大小接头)使之连接起来。

表 1-1 标准磨口系列编号与其大端直径的对照表

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

标准磨口仪器均按国际通用的技术标准制造。标准磨口仪器的口、塞径大小用编号表示,常用 10、14、19、24、29、34 等表明规格,这里的数字指磨口最大端直径的毫米数。有的标准磨口仪器标有两个数字,如 10/30,10 表示磨口大端直径为 10 mm,30 表示磨口长度为 30 mm。

化学实验中常用的标准磨口仪器如图 1-5 所示。

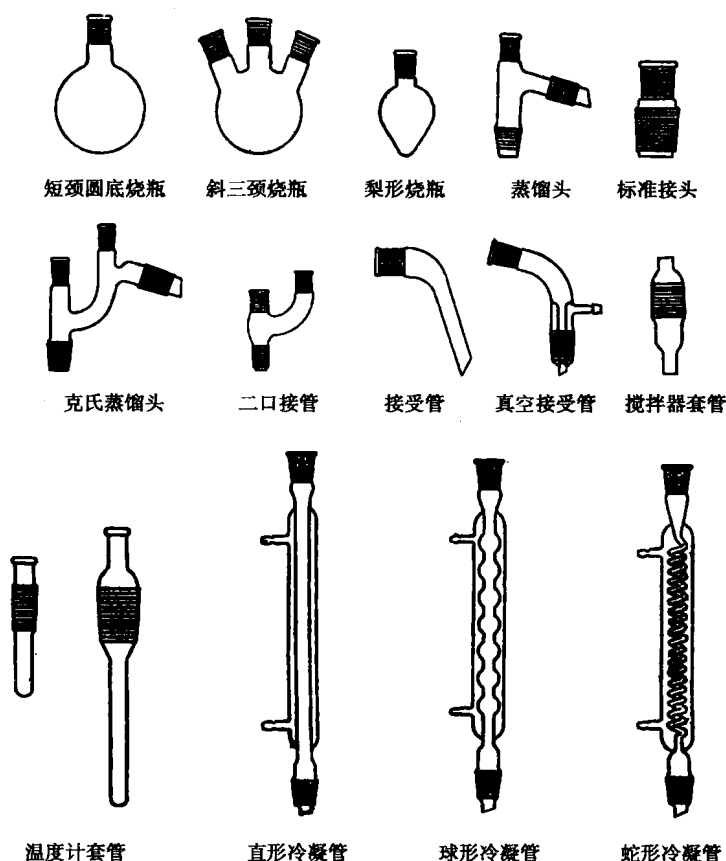


图 1-5 标准磨口仪器

使用标准磨口仪器时应注意:

①磨口必须清洁,不得沾有固体物质,使用前宜用软布或卫生纸揩试干净,否则会使磨口对接不密合,甚至损坏磨口。

②一般使用时,磨口无需涂润滑剂,以免沾污反应物或产物。若反应物中有强碱,则应涂凡士林,以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。另外在进行减压蒸馏时,标准磨口仪器必须涂真空脂。从内磨口涂有润滑剂的仪器中倾出物料前,应先将磨口表面的润滑剂用有机溶剂擦拭干净(用脱脂棉或滤纸蘸石油醚、乙醚、丙酮等易挥发的有机溶剂),以免物料受到污染。

③仪器用后应立即拆卸洗净,散件存放。否则磨口对接处常会黏结,很难拆卸。如果磨口黏结而无法拆卸时,可用热水煮黏结处或用热风吹母口处,使其膨胀而脱落,也可用木槌轻轻敲打黏结处使其脱落。

④安装磨口仪器时注意相对角度,不能在角度有偏差时硬性装拆。应将磨口和磨塞轻轻的对旋连接,且不能用力过猛,不能使磨口连接处受到歪斜的应力,否则仪器易破裂。

⑤洗涤磨口时,应避免用含硬质磨料的去污粉擦洗,以免损坏磨口。

⑥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,以防久置后黏结。

(3) 玻璃仪器的安装与拆卸

在进行有机制备和纯化实验时,一般用标准磨口仪器组装成各种实验装置。现以简单蒸馏装置为例说明如何安装实验装置。首先选择热源——煤气灯或电热包,依据热源高度确定蒸馏烧瓶的安装位置,以此为基准装配蒸馏头、直形冷凝管、接引管和接受器,最后安装温度计。仪器用铁夹固定在铁架台上。在安装冷凝管时,先调整其高度,再调整其倾斜度使其中心线与蒸馏头支管中线重叠,然后松开铁夹,顺其自然将冷凝管与蒸馏头连接好,最后旋紧铁夹。总之,连接应注意保证磨口连接处严密,尽量使各处不产生应力。装配完毕的实验装置应该是:从正面看,烧瓶和蒸馏头与桌面垂直;从侧面看,所有仪器应在同一平面上,做到横平竖直。拆卸仪器装置时,按与安装的顺序相反的方向逐个拆卸仪器。应注意首先关电源或熄灭煤气灯和关闭水阀门,然后移走接收器,依次移走冷凝管、温度计、蒸馏头和烧瓶。

安装时的基本要领是从下到上,从热源到接收器;而拆卸时是从接收器到热源,从上到下。

2. 玻璃仪器的洗涤、干燥与保养

(1) 玻璃仪器的洗涤

使用洁净的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。洗净的仪器在倒置时,器壁应不挂水珠,内壁应被水均匀润湿,形成一层薄而均匀的水膜。如果有水珠,说明仪器还未洗净,需要进一步进行清洗。

① 一般洗涤

仪器清洗的最简单的方法是用毛刷蘸上去污粉或洗衣粉擦洗,再用清水冲洗干净。洗刷时,不能用秃顶的毛刷,也不能用力过猛,否则会戳破仪器。有时去污粉的微小粒子粘附在器壁上不易洗去,可用少量稀盐酸摇洗一次,再用清水冲洗。如果对仪器的洁净程度要求较高时,可在用去离子水或蒸馏水进行淋洗2~3次,用蒸馏水淋洗仪器时,一般用洗瓶进行喷洗,这样可节约蒸馏水和提高洗涤效果。

② 铬酸洗液洗涤