

国家级精品资源共享课配套教材

基础有机化学实验

江 洪 主编



科学出版社

国家级精品资源共享课配套教材

基础有机化学实验

江 洪 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为国家级精品资源共享课“有机化学”配套的实验教材。全书由 7 个部分组成:有机化学实验基本知识、有机化合物物理常数的测定、有机化合物分离与纯化、色谱法分离提纯有机化合物、有机化学波谱技术分析、基础实验、综合实验,共 41 个典型实验。书中对实验难点及注意事项有详细的说明,本书实验规程可靠,实用性强,涉及的操作技术全面,便于训练学生基本操作技能,有利于提高学生动手能力。附录部分列出各类实用数据供参考。

本书适合作为高等农林院校植物、动物、生物、资源环境、食品、水产等专业的教学用书,也可供相关科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础有机化学实验/江洪主编. —北京:科学出版社,2015. 6

国家级精品资源共享课配套教材

ISBN 978-7-03-044987-0

I. ①基… II. ①江… 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(2015)第 130015 号

责任编辑:赵晓霞 / 责任校对:赵桂芬
责任印制:赵 博 / 封面设计:迷底书装

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>

新科印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 6 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2015 年 6 月第一次印刷 印张:10 1/4

字数:243 000

定价:29.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《基础有机化学实验》编写委员会

主 编 江 洪

副主编 李雪刚 曹秀芳 徐胜臻

编 委 (按姓名汉语拼音排序)

曹敏惠 曹秀芳 江 洪 李雪刚

马济美 马宗华 石 炜 徐胜臻

张青叶 曾 贞

主 审 陈长水

前 言

本书以培养学生的实验能力与素质为目标,既加强基本操作和基本技能训练,又兼顾综合性实验训练,以利于学生综合素质及创新能力的培养。本书的编写体现了有机化学微型实验绿色环保的理念,结合农林院校各专业人才培养特色,精心设计实验项目和实验内容,实验内容既选择与工农业生产和生活相关的内容以吸引学生,又反映课程组教师有关教学的研究成果,如将课程组获得的国家级教学成果二等奖“农科有机化学微型实验的研究与应用”等相关内容引入课堂,使学生体会到有机化学对工农业生产及科学研究的基础性支撑作用。与本书配套的课程辅助教学体系较为完善,如实验操作多媒体指导法、实验纠错视频、电子课件等,方便自学,有助于提高学生的学习热情和积极性。

全书共7章。第1章为有机化学实验基本知识,包含学生实验守则、实验室安全知识,有机化学实验仪器与反应装置的介绍,玻璃仪器的洗涤与干燥,实验室加热、冷却、过滤、搅拌等基本操作,化学手册与文献的查阅和实验室的环境保护等内容。第2章为有机化合物物理常数的测定,包含有机化合物的熔点、沸点、折光率、旋光度等物理常数的测定方法与技术。第3章为有机化合物分离与纯化,包含普通蒸馏、分馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏、重结晶、升华、液-液萃取、液-固萃取等相关知识。第4章为色谱法分离提纯有机化合物,主要介绍薄层层析、纸层析、柱层析、气相色谱、高效液相色谱、电泳等相关知识。第5章为有机化学波谱技术分析,如红外光谱、紫外光谱、核磁共振谱、质谱在有机化合物结构鉴定中的应用。第6章为基础实验,主要包含基本操作实验、有机化合物的制备与合成实验、有机化合物性质与官能团测试实验,以及立体模型制作等25个实验,实验的选编体现经典性和代表性,根据无毒化、绿色化和微型化原则,强化分离和纯化操作训练。第7章为综合实验,该部分实验内容既体现实验层次和难易程度,同时体现农林院校各专业特色,以培养农林类院校各专业学生学习有机化学实验的兴趣。附录部分主要包括实验常用仪器成套装置图、常用溶剂的纯化方法、常见有机化合物的物理常数、多个实用性表格。本书实验规程可靠,实用性强,涉及的操作技术全面,便于训练学生基本操作技能,有利于提高学生动手能力。

参与本书编写的人员主要有江洪、李雪刚、曹秀芳、徐胜臻、马济美、石炜、张青叶、马宗华、曹敏惠、曾贞。曾贞主要负责附录中的部分内容,并完成了全部实验的验证工作。

本书经陈长水审阅修改。江洪负责教材大纲、统稿及全书内容的增补及定稿工作。

在编写过程中,编者参考了国内外教材和有关资料,并应用了一些图、表及数据(见参考文献),在此一并致谢。

在本书的编写过程中,编者尽了自己的最大努力,但限于水平,书中不妥与疏漏之处在所难免,衷心希望同行与读者批评指正。

编 者

2015年4月

目 录

前言

第 1 章 有机化学实验基本知识	1
1.1 实验室的安全	1
1.1.1 有机实验室的一般注意事项	1
1.1.2 实验室事故的预防、处理和急救	1
1.2 有机化学实验常用仪器及设备	3
1.2.1 有机化学实验常用玻璃仪器	3
1.2.2 微型玻璃仪器	5
1.2.3 机电设备	5
1.3 玻璃仪器的洗涤与干燥	9
1.3.1 玻璃仪器的洗涤	9
1.3.2 玻璃仪器的干燥	10
1.4 简单玻璃工操作	10
1.4.1 玻璃管(棒)的截断与熔光	10
1.4.2 玻璃管的弯曲	11
1.4.3 玻璃管的拉制	11
1.5 加热及制冷技术	12
1.5.1 加热	12
1.5.2 冷却	13
1.6 过滤	13
1.6.1 常压过滤	13
1.6.2 减压过滤	14
1.6.3 热过滤	15
1.7 干燥与干燥剂	16
1.7.1 固体的干燥	16
1.7.2 液体的干燥	17
1.7.3 气体的干燥	18
1.8 搅拌和搅拌器	18
1.8.1 人工搅拌	18
1.8.2 机械搅拌	18
1.8.3 磁力搅拌	20
1.9 实验预习、实验记录与实验报告	20
1.9.1 实验预习	20
1.9.2 实验记录	20
1.9.3 实验报告	20

1.10 手册的查阅及有机化学文献简介	22
1.10.1 常用工具书	22
1.10.2 与有机化学相关的化学期刊	24
1.10.3 化学文摘	24
1.10.4 参考书	25
1.10.5 网络资源	25
第2章 有机化合物物理常数的测定	27
2.1 熔点的测定	27
2.1.1 b形管法测熔点	27
2.1.2 数字熔点仪测定法	29
2.2 沸点的测定	29
2.3 液体折光率的测定	31
2.3.1 仪器校正	32
2.3.2 折光率测定	32
2.4 旋光度的测定	32
2.4.1 预热	33
2.4.2 旋光仪零点的校正	33
2.4.3 旋光度的测定	34
第3章 有机化合物分离与纯化	35
3.1 蒸馏	35
3.1.1 普通蒸馏	35
3.1.2 分馏	37
3.1.3 减压蒸馏	38
3.1.4 水蒸气蒸馏	41
3.2 重结晶	43
3.3 升华	44
3.3.1 常压升华	45
3.3.2 减压升华	45
3.4 液-液萃取	46
3.4.1 常量液-液萃取	46
3.4.2 微量液-液萃取	47
3.5 液-固萃取	47
3.5.1 索氏提取	47
3.5.2 微型液-固萃取	48
第4章 色谱法分离提纯有机化合物	49
4.1 薄层层析	49
4.1.1 原理	49
4.1.2 薄层层析板的制备方法	50
4.1.3 点样	51
4.1.4 展开	51

4.1.5 显色	53
4.1.6 比移值(R_f)的计算	53
4.2 纸层析	53
4.3 柱层析	54
4.3.1 原理和方法	54
4.3.2 实验步骤	55
4.4 气相色谱	57
4.4.1 原理	57
4.4.2 仪器装置	57
4.4.3 分析方法	58
4.5 高效液相色谱	59
4.6 电泳	59
第5章 有机化学波谱技术分析	61
5.1 红外光谱	61
5.1.1 红外光谱仪	61
5.1.2 样品准备与测定	62
5.1.3 红外光谱吸收峰的分区与应用	62
5.2 紫外光谱	64
5.2.1 紫外分光光度计	64
5.2.2 朗伯-比尔定律	64
5.2.3 样品测定	64
5.3 核磁共振谱	65
5.3.1 核磁共振波谱仪	65
5.3.2 核磁共振波谱仪实验操作	66
5.3.3 各类质子的化学位移	66
5.3.4 自旋偶合与裂分	67
5.4 质谱	68
第6章 基础实验	70
实验1 乙酰苯胺熔点的测定	70
实验2 旋光度法测定蔗糖溶液的浓度	71
实验3 水蒸气蒸馏提取烟碱	72
实验4 辣椒红色素的提取	74
实验5 薄层层析分离菠菜叶中胡萝卜素	75
实验6 邻硝基苯胺和偶氮苯的分离	77
实验7 柱层析分离染料	78
实验8 纸上电泳分离氨基酸	80
实验9 有机化合物官能团性质实验	82
实验10 糖及蛋白质性质实验	85
实验11 立体分子模型的设计与制作	86
实验12 乙酰苯胺的合成	89

实验 13	乙酸异戊酯的合成	91
实验 14	丙酸正丁酯的合成	92
实验 15	乙酰水杨酸的制备	93
实验 16	肉桂酸的合成	94
实验 17	1-溴丁烷的制备	95
实验 18	环己烯的制备	96
实验 19	环己酮的制备	98
实验 20	环己酮肟的制备	99
实验 21	蔡乙醚的制备	99
实验 22	苯甲酸的制备	100
实验 23	氯化三乙基苄基铵	101
实验 24	肉桂醛自身氧化还原反应	102
实验 25	2-甲基-2-丁醇的制备	103
第 7 章	综合实验	105
实验 26	肉桂醛的提取	105
实验 27	β -D-五乙酰葡萄糖酯的合成	107
实验 28	从果皮中提取果胶	108
实验 29	从茶叶中提取咖啡因	110
实验 30	从橘皮中提取柠檬烯	111
实验 31	食用香料肉桂醛缩乙二醇的合成	112
实验 32	油脂的皂化反应	113
实验 33	大豆中油脂和蛋白质的分离	114
实验 34	从牛奶中分离酪蛋白和乳糖	116
实验 35	卵磷脂的提取、鉴定和应用	117
实验 36	2,4-D 丁酯的合成	119
实验 37	二苯基碳酸酯二肼的合成及应用	120
实验 38	伏虫脒的合成	122
实验 39	甲霜灵的合成	123
实验 40	一锅法合成驱蚊剂 <i>N,N</i> -二乙基间甲基苯甲酰胺	124
实验 41	氯化胆碱的合成	126
主要参考文献		128
附录		129
附录 1	实验常用仪器成套装置图	129
附录 2	常用溶剂的纯化方法	131
附录 3	常见有机化合物的物理常数	136
附录 4	相对原子质量表(1995 年国际相对原子质量)	138
附录 5	水的饱和蒸气压表(0~100 °C)	139
附录 6	常用有机溶剂在水中的溶解度	140
附录 7	常见的二元共沸混合物	140
附录 8	常见的三元共沸混合物	141

附录 9 常见化学物质毒性和易燃性	141
附录 10 相对急性毒性标准	145
附录 11 常用试剂的配制	145
附录 12 危险药品的分类、性质和管理	147
附录 13 常用酸、碱的浓度	148
附录 14 常用洗涤剂	148

第1章 有机化学实验基本知识

1.1 实验室的安全

在有机化学实验中经常用到易燃、易爆、有毒和腐蚀性药品,进行有机实验所用的玻璃仪器易碎、易裂,容易引发伤害、燃烧等各种事故。同时,实验室的电器等设备如果使用不当也易引起触电或火灾。然而,只要实验者具有实验的基本常识,实验中集中注意力,注意安全操作,严格执行操作规程,并采取适当的预防措施,绝大多数事故是可以避免的。为了防止事故的发生和事故发生后能及时处理,应了解如下安全知识,并切实遵守。

1.1.1 有机实验室的一般注意事项

(1) 实验开始前应按要求认真地进行实验预习,检查仪器是否完整、装置是否正确稳妥,实验室内的仪器、设备在使用前必须熟悉其性能和使用方法。还应弄清水、电、气的管线开关和标记,保持清醒头脑,避免违规操作。

(2) 实验进行中,不准随便离开,要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

(3) 进行危险的实验操作时,要使用防护眼镜、手套等防护设备。

(4) 实验中所用药品不得随意遗弃。对实验反应会产生毒气、恶臭、刺激性和腐蚀性气体的操作,必须在通风橱内进行,并按规定处理,以免污染环境,影响身体健康。

(5) 实验结束后洗手,严禁在实验室内吸烟或进食。

(6) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管,以免玻璃管、玻璃棒折断或破裂而划伤皮肤。

(7) 熟悉灭火消防器材的存放位置和正确使用方法。

(8) 实验结束后,关闭水、电、气及实验室门窗,防止意外事故的发生。

1.1.2 实验室事故的预防、处理和急救

1. 火灾的预防、处理和急救

在使用易燃的溶剂时要特别注意:

(1) 应远离火源。

(2) 勿将易燃、易挥发液体放在敞口容器中,如不能用烧杯装有机物直接用火加热。

(3) 加热时切勿使容器密闭,否则会造成爆炸。

(4) 实验室不得存放易燃、易挥发物质。在使用易燃物质时,应养成先将乙醇一类易燃的物质搬开的习惯。

(5) 不得把燃着的或带有火星的火柴梗、纸条等乱抛乱掷,也不得丢入废液缸中,否则会发生危险。

(6) 一旦发生火灾,室内全体人员应积极而有序地参加灭火。

首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑灭。有机物着火通常不用水进行扑灭,因为一般的有机物不溶于水或遇水可能发生更剧烈的反

应而引起更大的事故。小火可用石棉布盖熄,还可用砂子扑灭,但容器内着火时不易用砂子扑灭。身上着火时,应就近在地上打滚将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

火势较大时,应用灭火器扑救。目前,实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准火点,压下上手柄,干粉即可喷出。二氧化碳灭火器也是有机实验室中常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,适于油脂、电器、较贵重的仪器着火时使用。不管采用哪一种灭火器,都是从火的周围开始向中心扑灭。

(7) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意以下几点。

装置不能漏气,如发现漏气,应立即停止加热,检查原因,若塞子被腐蚀,则待冷却后,才能换掉塞子。

应放入数粒沸石、素烧瓷片或一端封口的毛细管,以防止暴沸。如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,而应先停止加热,待被回流或蒸馏的液体冷却后才能加入,否则会因暴沸而发生危险。

接收瓶不宜用敞口容器,如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器,如锥形瓶等。蒸馏装置中接收瓶的尾气出口应远离火源,最好用橡皮管引到下水道口或室外。

严禁直接加热。瓶内溶液量最多只能装至半满。加热速度应缓慢,避免局部过热。

油浴加热或回流时,注意避免水溅入热油浴中致使油溅到热源上而引起火灾。通常发生危险的主要原因是冷凝管上橡皮管不紧密,开水阀动作过快把橡皮管冲掉或者漏水。所以,橡皮管套入时要很紧密,开动水阀时动作要慢,使水缓慢通入冷凝管中。

2. 爆炸的预防

在有机化学实验里预防爆炸的一般措施如下:

(1) 蒸馏装置必须正确。常压蒸馏不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通。减压时,要用圆底烧瓶作为接收器,不能用锥形瓶、平底烧瓶等不耐压容器作为接收器,否则会发生爆炸。

(2) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

(3) 切勿使易燃易爆的物体接近火源,有机溶剂,如乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混合时极为危险,可能会由热的表面或者火花、电火花引起爆炸。

(4) 使用乙醚时,必须检查有无过氧化物存在,如果有过氧化物存在时,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物才能使用。同时使用乙醚时应注意在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(5) 对易爆炸的固体,如重金属乙炔化物、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。对于这些危险的残渣,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其分解,重氮化合物可加水煮沸使其分解等。

(6) 卤代烷勿与金属钠接触,因反应太剧烈往往会发生爆炸。

3. 中毒的预防

(1) 剧毒药品要妥善保管,不许乱放,实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后对有毒残渣进行妥善而有效的处理,不准乱丢。

(2) 有些剧毒物质会渗入皮肤,因此接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后立即洗手,切勿让剧毒药品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重者会造成中毒死亡事故。

(3) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头部伸入橱内。

如发生中毒现象,要让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送医院。当发现实验室漏煤气时,应立即关闭煤气开关,打开窗户,并通知实验室工作人员进行检查和修理。

4. 触电的预防

使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或用手握湿物接触电源插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验结束后应切断电源,再将连接电源插头拔下。

5. 玻璃割伤的预防、处理和急救

玻璃割伤是有机化学实验中常见的事故。使用玻璃仪器时最基本的原则是:不得对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,尤其是插入温度计时,要特别小心。

(2) 新割断的玻璃管或玻璃棒的断口处特别锋利,使用时要将断口处用火烧至熔化,使其成圆滑状。

玻璃割伤后,要仔细观察伤口有没有玻璃碎片,如有应用消毒的镊子取出。若为一般轻伤,应及时挤出污血,用生理盐水洗净伤口,并涂碘酒,再用绷带包扎;若伤口严重,流血不止,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止流血,送往医院治疗。

实验室应备有急救药箱,内有:生理盐水、紫药水、碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1% 乙酸溶液、5% 碳酸氢钠溶液、酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉等。还应备有洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等急救用具。

1.2 有机化学实验常用仪器及设备

1.2.1 有机化学实验常用玻璃仪器

玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差,但价格便宜,因此一般用它制作的仪器均不耐温,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝管等。

常用的玻璃仪器一般分为两类:普通玻璃仪器和标准磨口仪器。

在有机化学实验室,常用的非标准口的玻璃仪器有烧杯、吸滤瓶、布氏漏斗、玻璃钉漏斗、普通漏斗、分液漏斗等。

标准磨口仪器,即所有磨口与磨口塞的直径都采用国际上通用的统一尺寸,也是标准化做的玻璃仪器。标准磨口仪器根据磨口口径分为 10、14、19、24、29、34、40、50 等号。例如,14 号、19 号、24 号指的就是磨口的最大端直径分别为 14 mm、19 mm、24 mm。由于口径尺寸的标准化、系列化,磨口密合,因此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。对不同类型规格的磨口仪器,还可以通过相应尺寸的大小磨口接头使之相互连接。学生使用的常量仪器一般是 19 号的磨口仪器,半微量实验中采用的是 14 号的磨口仪器。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口烧瓶、蒸馏头、冷凝器、接引管等,如图 1-1 所示。

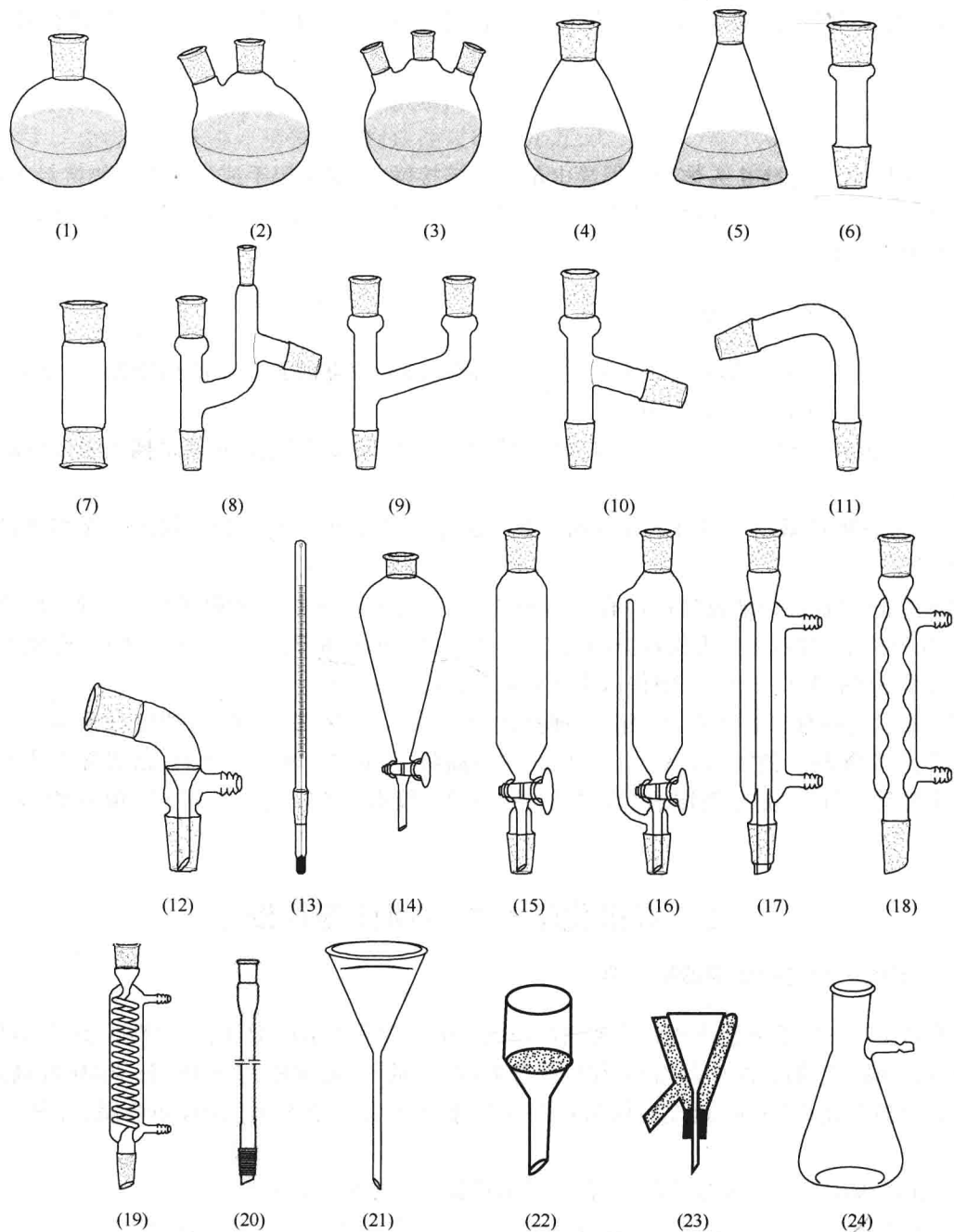


图 1-1 常用玻璃仪器

(1) 圆底烧瓶; (2) 二口烧瓶; (3) 三口烧瓶; (4) 梨形烧瓶; (5) 锥形瓶; (6) 大小接头; (7) 接头; (8) 克氏蒸馏头; (9) Y 形管; (10) 蒸馏头; (11) 弯管; (12) 真空尾接管; (13) 温度计; (14) 梨形分液漏斗; (15) 滴液漏斗; (16) 恒压滴液漏斗; (17) 直形冷凝管; (18) 球形冷凝管; (19) 蛇形冷凝管; (20) 空气冷凝管; (21) 长颈漏斗; (22) 布氏漏斗; (23) 保温漏斗; (24) 抽滤瓶

1.2.2 微型玻璃仪器

微型化学实验是近年来在国际国内得到迅速发展的化学实验新方法。它可节省实验试剂,缩短实验时间,增强学生规范化的实验操作技能,体现“绿色化学”和“环境友好化学”的精神。根据微型化学实验的特点和要求,国产微型玻璃仪器互相连接部位一般采用 10/15 标准磨口,可自由组装成能满足有机化学实验所需的各种实验装置(图 1-2)。



图 1-2 常用微型玻璃仪器

1.2.3 机电设备

1. 烘箱

实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱(图 1-3),主要用于干燥玻璃仪器或无腐蚀性、热稳定性好的药品。使用时应先调好温度(烘干玻璃仪器一般控制在 $100\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$)。刚洗好的仪器应将水控干后再放入烘箱中,烘干仪器时,将烘热干燥的仪器放在上边,湿仪器放在下边,以防湿仪器的水滴到热仪器上造成仪器炸裂。热仪器取出后,不要马上接触冷的物体,如冷水、金属用具等,以免炸裂。带旋塞的仪器,应取下塞子后再放入烘箱中烘干。

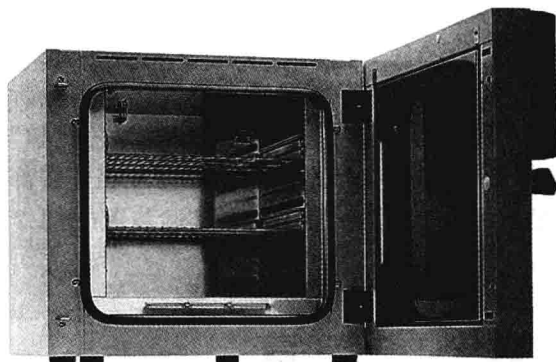


图 1-3 烘箱

2. 气流烘干机

气流烘干机(图 1-4)是一种用于快速烘干玻璃仪器的小型干燥设备。使用时,将仪器洗净后,甩掉仪器壁上的水分,然后将仪器套在烘干器的多孔金属管上。气流烘干机不宜长时间加热,以免烧坏电机及电热丝。

3. 电热套

电热套是用玻璃纤维丝与电热丝编织成半球形的内套,外边加上金属外壳,中间填充保温材料的仪器(图 1-5)。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配,分为 50 mL、100 mL、200 mL、250 mL 等规格,最大可到 3000 mL。加热温度通过能调压的变压器来控制,最高加热温度可达 400 °C 左右。此设备因不用明火加热,使用较安全。由于它的结构是半球形的,在加热时,烧瓶处于热空气包围中,因此加热效率较高。使用时应注意不要将药品洒在电热套里面,以免加热时药品挥发污染环境,同时避免电热丝被腐蚀而断裂。电热套的使用和保存都应处于干燥环境中,否则内部吸潮后会降低绝缘性能。

4. 电动搅拌器

电动搅拌器(图 1-6)由机座、小型电机和变压调速器几部分组成,在有机化学实验中使用得比较多,一般适用于非均相反应。

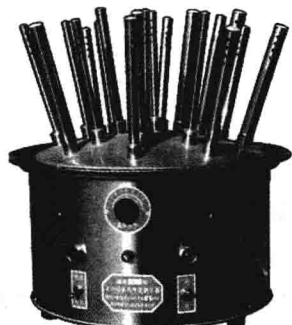


图 1-4 气流烘干机



图 1-5 电热套



图 1-6 电动搅拌器

使用电动搅拌器时,应先将搅拌棒(常用玻璃棒和聚四氟乙烯制成)与电动搅拌器连接,再将搅拌棒用套管或塞子与反应瓶连接固定,搅拌棒与套管的固定一般用橡皮管,橡皮管的长度不要太长也不要太短,以免摩擦而使搅拌棒转动不灵活或密封不严。在开动搅拌器前,应用手试一搅拌棒转动是否灵活,如不灵活则应找出摩擦点,进行调整,直至转动灵活,如果是电机问题,应向电机的加油孔中加一些机油,以保证电机转动灵活或更换新电机。

5. 电磁搅拌器

电磁搅拌器由一个可旋转的磁铁和用聚四氟乙烯密封的磁转子组成(图 1-7),通过磁场的不断旋转变带来带动容器内磁子随之旋转,从而达到搅拌的目的。电磁搅拌器一般都带有温度和速率控制旋钮。高温加热不宜过长,以免烧断电阻丝;搅拌速率不要过快,以免磁子打破烧瓶。使用后要将旋钮回零,放在清洁和干燥的地方。

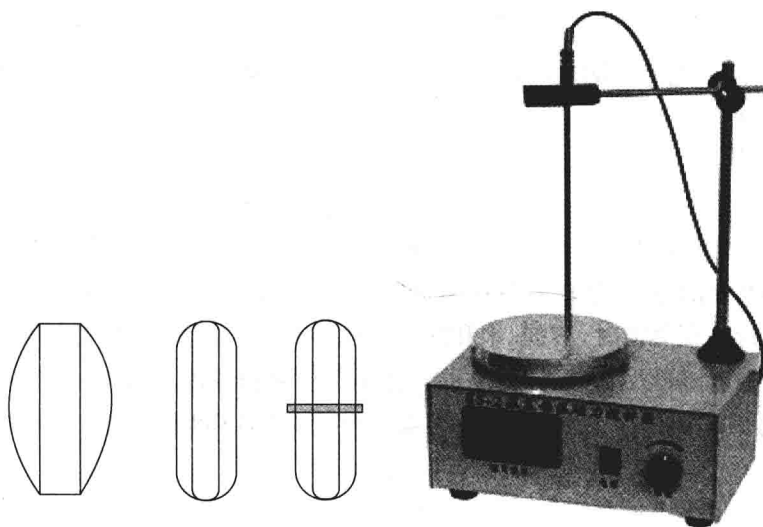


图 1-7 电磁搅拌器及各种形态磁子

6. 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪可用来回收、蒸发有机溶剂。由于它使用方便,近年来在有机实验室中被广泛使用。旋转蒸发仪(图 1-8)由一台电机带动可旋转的蒸发器(一般用圆底烧瓶)、高效冷凝管和接收瓶等组成。此装置可在常压或减压下使用,可一次进料,也可分批进料。由于蒸发仪在不断旋转,可免加沸石而不会暴沸。同时,液体附于壁上形成了一层液膜,加大了蒸发面积,使蒸发速率加快。使用时应注意以下两点。

(1) 减压蒸馏时,当温度高、真空度低时,瓶内液体可能会暴沸。此时,及时转动插管开关,通入冷空气降低真空度即可。对不同的物料,应找出合适的温度与真空度,以平稳地进行蒸馏。