

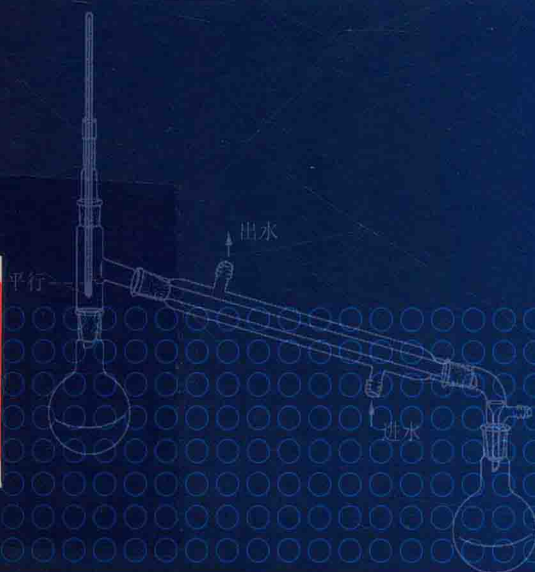
高等学校“十三五”规划教材

有机化学实验

第二版

李红 主编

YOUJI HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

有机化学实验

第二版

李红 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《有机化学实验》(第二版)在简单介绍实验基本常识之后,结合具体实验项目对有机化学实验中的基本操作进行了详细介绍,随后是19个普通有机化合物的制备和性质实验。为了贴合工科类院校的需求,又选取了19个代表性的精细有机化学品的合成及高分子化学实验。最后一部分为14个有机化合物的分离、定性鉴定和定量测定实验。本书实验项目选取有代表性,可操作性强,有利于培养学生的综合实验能力。

《有机化学实验》(第二版)可作为高等院校化学类、化工类、材料类、生物类、环境类、食品类、轻化工程类等专业的本科生教材,也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/李红主编.—2版.—北京:化学工业出版社,2018.2
高等学校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-31162-7

I. ①有… II. ①李… 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(2017)第301013号

责任编辑:宋林青

装帧设计:韩飞

责任校对:王静

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:三河市延风印装有限公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张10½ 字数254千字 2018年3月北京第2版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:25.00元

版权所有 违者必究

前 言

本书是根据工科类院校有机化学教学大纲的要求，以基础有机化学实验为主干，适当编入精细有机合成实验、有机分析实验、高等有机化学实验和高分子化学实验而成。

本书是在2007年广东工业大学有机教研组编写的《有机化学实验》基础上，经过十年的教学实践，重新修订、校核、添加而成的。本书包括五大部分内容：第一部分为实验基本常识；第二部分为基本操作；第三部分为普通有机化合物的制备和性质；第四部分为精细有机化学品的合成及高分子化学实验；第五部分为有机化合物的分离、定性鉴定和定量测定。本书是编者多年教学经验的总结和资料的积累，书中所列实验，均经编者多年实验教学验证。

与国内其他院校出版的有机化学实验教材比较，本书有两大特点：第一，本书内容的重点是基础有机化学实验，但又有意扩展了实验内容，即安排了一定数量的有机合成、有机分析和高分子化学实验。我们认为这样处理可更好地适应工科院校多专业、多课程的需要，且更接近有机化工生产的实际。实验内容的扩展，使不同专业、不同课程的老师都有足够的选择余地；第二，本书用了相当篇幅编写附录，目的是方便广大师生随手翻查有关有机化合物的常数和性质，减少查找手册的不便。

本书由李红主编，参加编写的老师有邓旭忠、关燕霞、谢珍茗、蔡宁、李先玮、周丽华等。初稿及修改稿完成后由李红老师负责全书统稿，再根据校外同行专家的修改意见作了全面的校核和修订。

限于编者水平，书中疏漏之处在所难免，请多提宝贵意见，以激励我们不断完善！

编 者

2017年10月

目 录

第一部分	实验基本常识	1
第二部分	基本操作	5
实验一	塞子打孔和玻璃管的加工	5
实验二	常压蒸馏和沸点测定	8
实验三	分馏	11
实验四	减压蒸馏	15
实验五	水蒸气蒸馏	20
实验六	重结晶提纯法	23
实验七	萃取	26
实验八	升华	30
实验九	熔点的测定	32
实验十	折射率的测定	37
实验十一	旋光度的测定	39
第三部分	普通有机化合物的制备和性质	42
实验十二	乙酸乙酯的制备	42
实验十三	1-溴丁烷的制备	43
实验十四	乙酸正丁酯的制备	44
实验十五	1,2-二溴乙烷的制备	46
实验十六	环己酮的制备	47
实验十七	乙醚的制备	48
实验十八	硝基苯的制备	49
实验十九	苯胺的制备	50
实验二十	乙酰苯胺的制备	51
实验二十一	甲基橙的制备	52
实验二十二	邻苯二甲酸二丁酯的制备	53
实验二十三	苯乙酮的制备	55
实验二十四	苯乙醚的制备	56
实验二十五	甲烷和烷烃的性质	57
实验二十六	不饱和烃的制备和性质	59
实验二十七	醇和酚的性质	62
实验二十八	醛和酮的性质	65

实验二十九 羧酸及其衍生物的性质	67
实验三十 胺的性质	69
第四部分 精细有机化学品的合成及高分子化学实验	72
实验三十一 扑热息痛的合成	72
实验三十二 紫罗兰酮的合成	74
实验三十三 酸性橙的合成	75
实验三十四 苋菜红的合成	77
实验三十五 <i>N,N</i> -二乙基间甲苯甲酰胺的合成	78
实验三十六 液体油氢化合成硬化油	80
实验三十七 乙酸苄酯的相转移催化合成	83
实验三十八 尼泊金乙酯的合成	83
实验三十九 十二醇硫酸钠的合成	84
实验四十 甘露糖醇的合成	85
实验四十一 格氏 (Grignard) 试剂的合成及应用	86
实验四十二 乙酰乙酸乙酯的合成	88
实验四十三 喹啉的合成	89
实验四十四 己内酰胺的合成	91
实验四十五 燃烧法鉴定几种塑料和纤维	92
实验四十六 苯乙烯与二乙烯苯的悬浮共聚	93
实验四十七 苯酚甲醛的缩聚反应	94
实验四十八 醋酸乙烯酯乳液聚合——白乳胶制备	95
实验四十九 有机玻璃的解聚	96
第五部分 有机化合物的分离、定性鉴定和定量测定	98
实验五十 柱色谱	98
实验五十一 薄层色谱法	99
实验五十二 氨基酸的纸色谱	100
实验五十三 有机化合物和元素的定性鉴定	101
实验五十四 有机含氮化合物及蛋白质的测定——凯尔达尔 (Kjeldahl) 法	107
实验五十五 有机含卤化合物的测定——氧瓶燃烧法	109
实验五十六 油脂碘值的测定——碘的乙醇溶液加成法	111
实验五十七 醇类的测定——催化乙酰化法	113
实验五十八 醛与酮类及醛酮总量的测定——羟胺法 (酸碱电位反滴定)	114
实验五十九 糖的标准分析法——兰-埃农法 (Lane and Eyno's method)	116
实验六十 淀粉的含量测定——旋光度测定法	118
实验六十一 酯类的测定——皂化容量法及色谱法	119
实验六十二 紫外光谱法测定安息香含量	121
实验六十三 红外光谱的测试技术及应用	122
附录	127
附录一 常见有毒和危险有机化学品简介	127

附录二	常用有机化工原料简介.....	141
附录三	常见有机化合物的溶解度.....	155
附录四	常用元素原子量表.....	158
主要参考文献	159

第一部分

实验基本常识

一、有机化学实验目的

有机化学实验是化学学科的一个重要组成部分。尽管由于现代科学技术的迅猛发展，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，给有机化学实验注入了新的活力。

有机化学实验目的：

1. 通过实验，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、精密思考和分析问题的能力以及整齐、清洁的实验习惯。
4. 培养学生严肃认真的工作态度，实事求是的工作作风。

二、有机实验室注意事项及常见事故处理

(一) 实验注意事项

1. 实验前应做好一切准备工作，预习实验指导书，做到心中有数，防止实验时边看边做，降低实验效果。
2. 实验者进入实验室后，应首先了解熟悉实验室的水电开关位置及消防装置急救用品的放置地点和使用方法。
3. 开始实验前应首先检查即将使用的仪器设备有无破损，若有，应立即向指导教师或实验室管理人员报告更换。
4. 实验中应遵从教师的指导，严格按照实验指导书所规定的步骤进行实验。所用到的各种化学试剂也应按实验指导书和指导教师的规定使用，严禁违章操作。
5. 实验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，要如实认真地做好实验记录。
6. 实验过程中，非老师许可，不得擅自离开。
7. 在实验过程中，应经常保持实验台面和地面的整洁，暂不用的器材，不要放在台面上，以免碰倒损坏。任何固体物质不能投入水槽中，废酸和废碱液应小心地倒入废液缸内。
8. 一旦发生事故，不要惊慌失措，要及时向指导教师和实验室管理人员报告，并迅速关闭气源和电源，采用正确有效的方法进行处理。
9. 实验完毕离开实验室时，应把实验结果交指导教师确认。须整理好台面，公共器材要放回原处，如有仪器损坏要办理登记换领手续。
10. 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、煤气，关好门窗。

(二) 常见事故处理

在实验中若不慎接触腐蚀性化学药品，应马上作出处理。

1. 浓酸烧伤：应立即用大量水洗，然后用3%~5%碳酸氢钠溶液洗涤，并涂抹烫伤药油。
2. 浓碱烧伤：应立即用大量水洗，然后用1%~2%硼酸溶液冲洗，最后再用水洗，并涂上油膏。

3. 溴烧伤：应立即用大量水冲洗，再用酒精清洗至无溴液，然后涂上鱼肝油软膏。

4. 若有腐蚀性药品溅入眼内，应立即用大量水清洗后（金属钠除外），送医院作进一步治疗。

三、仪器的洗涤与干燥

(一) 洗涤

清洗实验仪器是实验的一个重要部分，保持仪器清洁，是化学工作者应有的良好习惯。仪器使用后应立即进行清洁，清洁方法是趁热将仪器连接处拆开，将仪器内外部用毛刷刷洗，必要时，用少许清洁剂及氯仿、丙酮等其他溶剂进行清洁，最后用清水冲洗干净。若上述方法仍未能将仪器洗干净，可加入少量洗液浸泡仪器，然后刷洗。

(二) 干燥

仪器清洁干净后，一般可晾干，烘干（计量仪器、冷凝管等不宜用烘箱烘）。

四、实验预习、实验记录和实验报告

(一) 实验预习

学生在本课程开始时，必须阅读本书第一部分有机化学实验基本常识。在进行每个实验之前，必须认真预习有关的实验内容，并做好预习笔记，预习笔记做在实验记录本上，开始实验前由实验指导教师负责检查预习情况，未作好预习的学生，不得进行实验。实验预习的内容应包括：

1. 实验目的及原理；
2. 所需仪器、试剂以及它们的使用方法和特性；
3. 实验步骤；
4. 预计的实验结果；
5. 实验注意事项。

(二) 实验记录

每位学生必须认真做好实验记录，实验记录在专门的实验记录本上进行，不能用活页纸或其他零散纸张代替。实验记录本必须保持完整，不得随意撕下其中某页。实验记录必须忠于实验的真实性，若发生记录错误，可以用笔划杠或打取消符，但不得涂改或擦去。实验记录内容应包括实验的全过程，如加入药品的数量，仪器装置，每一步操作的时间、内容和所观察到的现象（包括温度、颜色、体积和质量的数据等）。

(三) 实验报告

实验报告是对整个实验的总结，学生必须认真及时地对实验数据进行整理、计算和分析，对实验中出现的现象与问题，应加以分析和讨论，总结经验教训，认真写出实验报告。实验报告必须手写，不得用计算机打印。

实验报告应包括如下内容：

1. 实验目的；
2. 简要实验原理（包括反应式）；
3. 所用试剂及规格、用量；
4. 简要实验步骤；
5. 实验装置图；

6. 实验注意事项；
7. 实验现象、结果记录、产率计算、产品性状；
8. 讨论；
9. 思考题。

五、有机化学实验常用仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器可分为非标准口玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器。非标准口

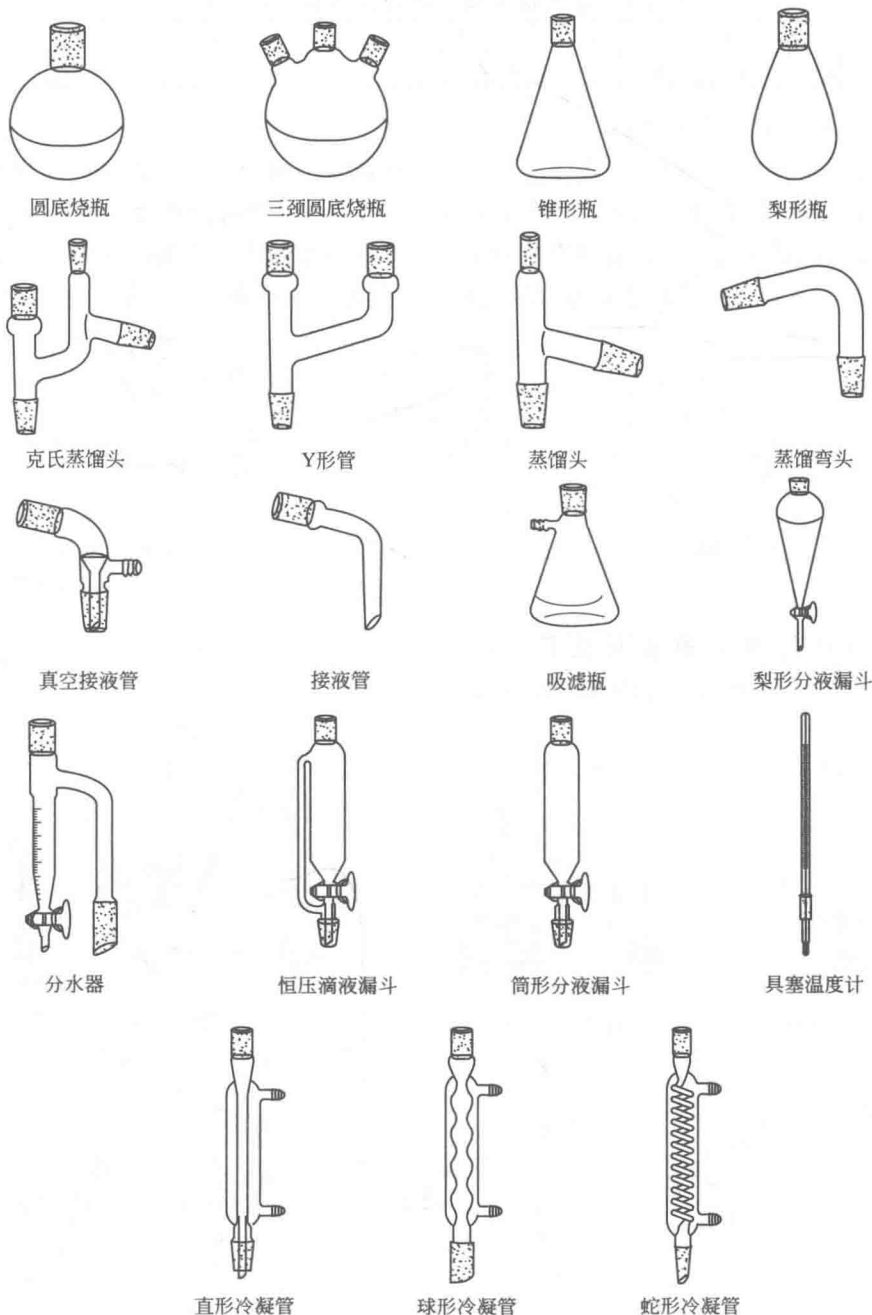


图 1-1 常用磨口玻璃仪器

玻璃仪器可通过橡皮塞或软木塞连接，但需要在橡皮塞或软木塞上钻孔。非标准口玻璃仪器在安装成有机实验装置时比较费力、费时，且装置连接处紧密程度较差，容易产生漏气现象，但价格较低。标准磨口仪器是带有标准内磨口或标准外磨口的玻璃仪器，相同编号的标准内外磨口可以互相连接，用转换接头，也可将不同口径的磨口仪器连接起来。使用磨口仪器可以避免使用塞子作为连接头，可以省力、省时，加强装置连接紧密程度，因此，标准磨口玻璃仪器已被广泛使用。常见标准磨口玻璃仪器编号及尺寸见表 1-1。

表 1-1 常见标准磨口玻璃仪器编号及尺寸

编号	10	12	14	19	24	29	34
大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

使用磨口仪器时，应注意：

1. 磨口必须清洁，无杂物，否则由于磨口连接配合不紧密而导致泄漏，甚至损坏磨口。
2. 仪器使用后，应及时清洁，以免磨口连接处发生粘接而不易拆卸。
3. 在安装仪器时应小心，磨口连接处不应受弯曲引起的张力作用，否则会损坏磨口。

图 1-1 和图 1-2 分别是常用的磨口玻璃仪器及其他常用仪器。



图 1-2 其他常用仪器

六、有机化学实验常用装置

有机化学实验常用装置如图 1-3 所示。

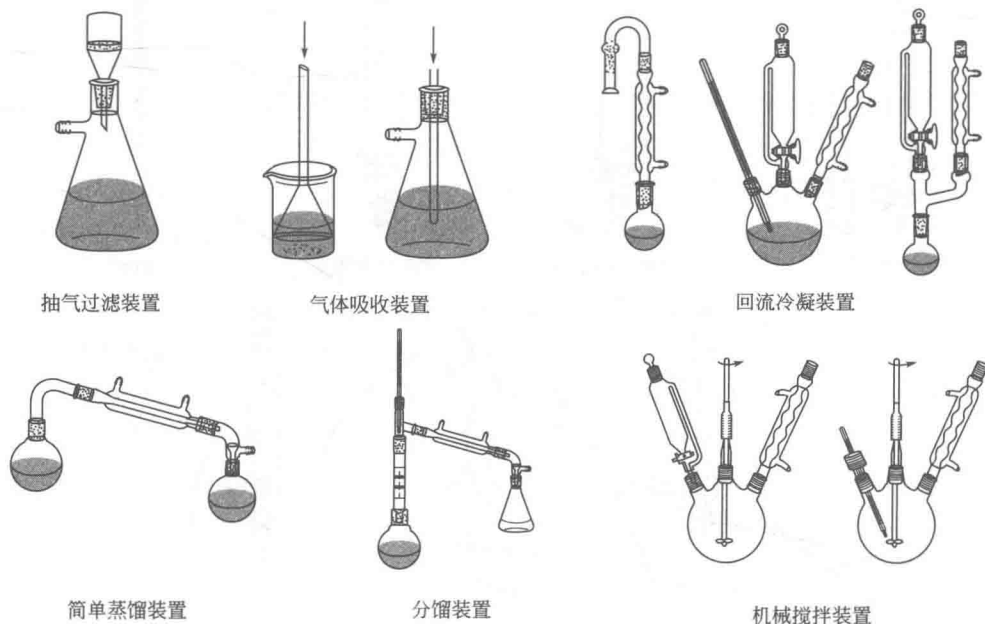


图 1-3 有机化学实验常用装置

第二部分

基本操作

实验一 塞子打孔和玻璃管的加工

一、实验目的

练习塞子打孔和玻璃管的简单加工。

在有机化学实验特别是制备实验中，常常要用不同规格形状的玻璃管和塞子等配件，才能将各种普通的玻璃仪器（非标准磨口的圆底烧瓶、三口烧瓶、蒸馏瓶、冷凝管、温度计、分液漏斗、氯化钙干燥管、搅拌器封管等）装配成一套实验装置。因此，掌握塞子的选用及打孔和玻璃管加工的方法，是进行有机化学实验必不可少的基本操作。

二、实验步骤

(一) 塞子的打孔

实验室中常用的塞子是软木塞和橡皮塞。有机化学实验中，一般使用软木塞，其好处是不易和有机化合物起作用。而橡皮塞则易受有机物的侵蚀而溶胀，在高温下会变形，且价格也比较贵。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。

1. 塞子大小的选择

所选用塞子的大小，应与所塞仪器颈口相吻合，塞子进入瓶颈或管颈的部分，不能少于塞子本身高度的 $\frac{1}{3}$ ，也不能多于 $\frac{2}{3}$ 。如图 2-1 所示。

2. 打孔器的选择

打孔用的工具叫打孔器（也叫钻孔器），这种打孔器是靠手力打孔的。也有借助机械力打孔的工具，叫打孔机。一套打孔器，有几种大小不同的孔径尺寸供选择。在软木塞上打孔，所选用的打孔器的孔径，应比欲插入的玻璃管等的外径稍小，而在橡皮塞上打孔，则要选用孔径比欲插入的玻璃管等的外径稍大的打孔器。因为橡皮塞有弹性，孔道钻成后，会收缩使孔径变小。在塞子上所钻孔径的大小，应以既能使玻璃管或温度计顺利插入，又能保持

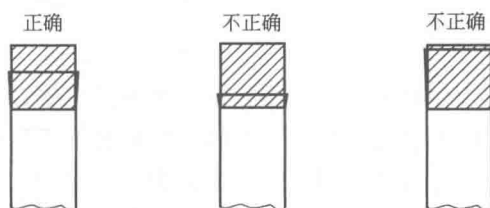


图 2-1 塞子的配置

插入后能紧密贴合而不漏气为度。

3. 打孔

软木塞质地疏松，打孔前可先将软木塞在滚压器上滚实再打孔。没有滚压器时也可用两块木板代替（见图 2-2 和图 2-3），经滚压后，软木塞内部结构均匀密集。

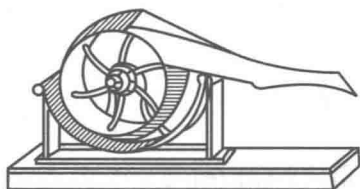


图 2-2 软木塞滚压器

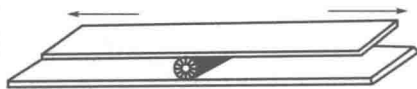


图 2-3 利用木板滚压软木塞

钻单孔时，把塞子小的一端朝上，平放在桌面上的一块木板上。这块木板的作用是避免当塞子被钻通后，钻坏桌面。先用手指转动打孔器，在塞子的中心割出印痕，然后左手扶紧塞子，右手握住打孔器，一面按同一个方向均匀地旋转打孔器，一面略微用力向下压（见图 2-4）。这时打孔器应始终与桌面保持垂直。如果发现二者不垂直，应及时加以纠正，待钻到塞子厚度的一半时，即按反方向旋转拔出打孔器，用铁条捅掉打孔器中的塞芯和碎屑，再用同样的方法从塞子的另一端钻孔，直至钻通为止。

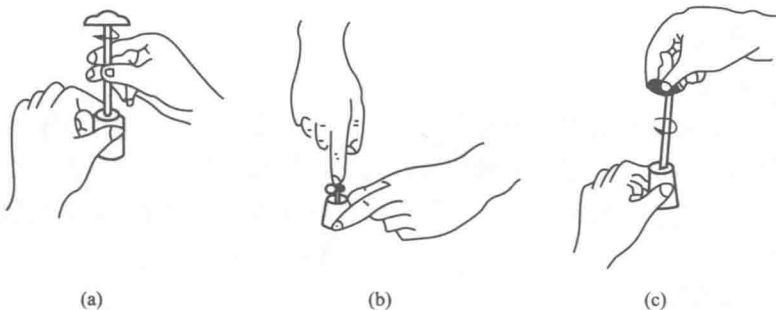


图 2-4 软木塞钻孔

钻双孔时，务必使两个孔道笔直且互相平行，否则，插入管子后，两根管子就会歪斜或交叉，致使塞子不能使用。

打孔时，可先用水、肥皂水或甘油水溶液润湿打孔器的前端，以减少摩擦。旋入打孔器的力量要均匀合适，否则，会造成孔道表面粗糙，孔道扭曲，孔径过度缩小或粗细不均。若孔径略小或孔道稍有不光滑，可用圆锉修整。

打孔器用久后，口刃易钝，可用圆锉修磨其口刃内圆，用平锉修磨其外圆，或用修孔器修磨。

(二) 玻璃管的加工

1. 清洗玻璃管

所加工的玻璃管，应视实验要求清洗干净。对较粗的玻璃管，可以用两端缚有线绳的布条通过玻璃管，来回抽拉，擦去管内脏物。弯制用的玻璃管，可用自来水及清洁剂洗涤，蒸馏水冲洗，干燥后使用。制作熔点管等用的玻璃管，需用洗涤剂、洗液（或盐酸）洗涤，再用自来水、蒸馏水冲洗，干燥备用。干燥时，可在空气中晾干、用热空气吹干或在烘箱中烘干，但不宜用灯火直接烤干，以免炸裂。

2. 切断玻璃管

(1) 冷切

左手持管，将玻璃管平放在实验台上，用锉刀在欲切断的地方向一个方向锉划 2~3 次，在管上刻划出一条清晰、细直的深痕。注意不可来回锉，否则会损伤锉刀的锋棱，且会使锉痕变粗，断口不齐。折断玻璃管时，用双手握管，两手的拇指顶着锉痕背面的两边。左右手以七分拉三分弯折的方向前推，玻璃管即可从锉痕处平整地断开（见图 2-5）。断口处边沿锋利，必须在火中烧熔使其圆滑，直至管口平滑为止，切不可熔烧过久，否则管口收缩变小。

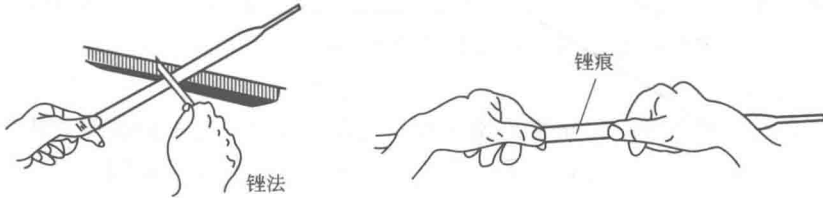


图 2-5 锉刀的使用及锉法

(2) 热切（灼烧玻璃球断法）

该法适用于粗管或靠近管端部分的折断，可先用锉刀在欲切断处割一锉痕，再用一根末端拉细的玻璃棒，在距顶端 2~3cm 处，用煤气灯的氧化焰加热到红热（截断软质玻璃管时）或白炽（截断硬质玻璃管时），使它成圆球珠状，然后把它压触在锉痕处，玻璃管即可沿锉痕裂开。若一次裂痕未扩展至整圈，可依此法再烧 2~3 次，直至玻璃完全断开。断开处可在火焰中烧熔使之变光滑。

3. 拉制玻璃管

选用清洁干燥的玻璃管，先用弱火焰将玻璃管烤热，然后慢慢调节灯焰，使之成强火焰。在强火焰灼烧中，不断转动玻璃管，使之受热均匀，并消除玻璃管软化后因重力造成的下垂变形，使管轴保持同一轴线上。待玻璃管由黄变软后，从火焰中取出，左右以同样速度使管边转动边拉伸，拉伸时先慢拉，然后用力拉伸，拉成的细管和厚管必须在同一轴线上（见图 2-6）。

(1) 拉制滴管

取清洁干燥的、直径为 5~6cm 的玻璃管，截成 15cm 长，双手握管，在煤气灯强火焰中烧管中部，并令管向同一方向转动。当开始烧软时，两手轻轻向里挤，以加厚烧软处的管壁。再经烧软后，将管离开火焰，双手边向同一方向转动管，边慢慢趁热拉出适当直径的细

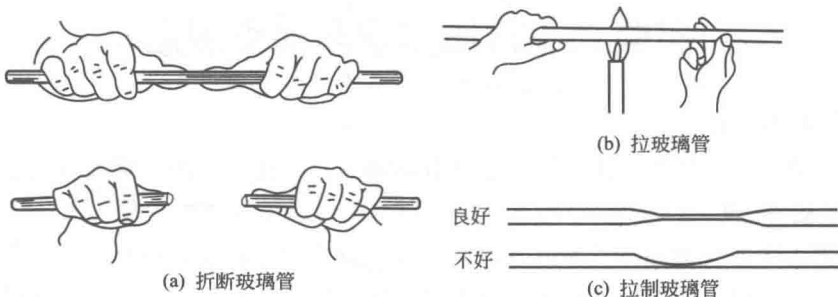


图 2-6 玻璃管的折断和拉制

管。拉好后的玻璃管放在石棉网上晾冷，再于拉细处截断成适当长度，然后在弱火焰上把管口烧圆。

(2) 拉制测熔点用毛细管

取预先按要求清洁并干燥的玻璃管，双手握管在煤气灯强火焰上烧，烧时不断转动管，还需交换角度上下转动，目的是要烧的面积大，受热均匀。当烧得很软时，离开火焰，边转动边将管拉细。当中间部分的粗细符合要求（直径 $1\sim 1.5\text{mm}$ ）时，可稍停顿一下，以便使中间部分冷却。然后再继续拉两端较粗部分。这样可避免中间拉得太细而两头又太粗。拉的过程中的不断转动也是不可忽略的，否则难以保证毛细管仍保持圆形而会拉成扁管。拉好后的管在石棉网上冷却后，截断成 $5\sim 6\text{cm}$ 长的段。将毛细管一端在弱火焰边沿处不断来回转动以封口。尽可能令底封得愈薄愈好，这样传热较快。

4. 弯玻璃管

连接仪器有时需用弯成一定角度的玻璃管。制作弯管时，需根据玻璃管质地的软硬调节火焰强弱和灼烧面积，否则在弯管时易发生歪扭和瘪陷。硬质玻璃需用较强的火焰加热。若玻璃管需被弯成较小的角度，则采用多烧多弯的方法较为稳妥。方法是双手握管，将管倾斜一定角度，在煤气灯强火焰上灼烧，并不断用双手等速缓慢地旋转玻璃管，使受热均匀。为加宽受热面，可在灯管上套一鱼尾灯头。当烧至玻璃管变软时，即可离开火焰，轻轻地顺势弯成一定角度。然后，于靠近已烧过的部位之处再烧，再弯一次。以此类推，直至弯成所需的角。一次弯得太多易使弯曲部分瘪陷纠结（见图 2-7）。注意在烧管及弯管时，均应注意不要扭动，否则弯管两侧不在同一平面上而变得歪扭。弯好的玻璃管用小火烘烤一两分钟（退火处理）后，放在石棉网上冷却。

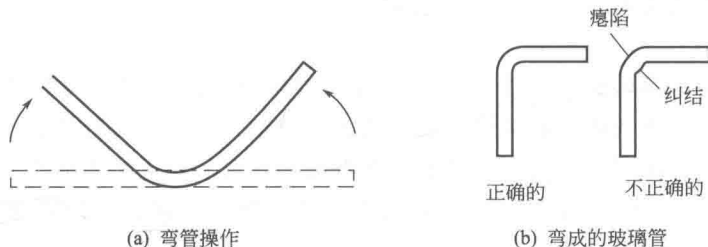


图 2-7 弯玻璃管

在弯管操作中要注意：①两手旋转玻璃管的速度要一致，否则易造成歪扭；②受热程度要适当，过热过冷都会造成瘪陷；③加热时，握管双手不能外拉或内推，否则造成管径不均。

实验二 常压蒸馏和沸点测定

一、实验目的

了解蒸馏的意义，掌握采用常压蒸馏法分离提纯有机化合物的原理和方法。

二、实验原理

蒸馏广泛应用于分离和纯化有机化合物，它是根据混合物中各组分的蒸气压不同而达到分离目的的。蒸馏可以把挥发性的物质与不挥发性的物质分离开，也可分离两种以上沸点相差较大（至少 30°C 以上）的液体混合物。通过蒸馏，还可测出化合物的沸点，所以，对鉴

定纯粹的液体有机化合物也具有一定的意义。

一个液体的蒸气压 p 是该液体表面的分子进入气相的倾向大小的客观量度。实验证明, 液体的蒸气压只与温度有关, 即液体在一定温度下具有一定的蒸气压, 此压力是指液体与它的蒸气平衡时的压力, 与体积中存在的液体和蒸气的绝对量无关。当液体的温度不断升高时, 蒸气压也随之增加, 直至该液体的蒸气压等于外界施予液面的总压力 (通常是大气压) 即 $p = p_0$ 时, 就有大量气泡从液体内部逸出, 即液体沸腾, 此时的温度为液体的沸点。沸点的高低与所受外界压力的大小有关。

将液体加热至沸腾, 使液体变成蒸气, 然后使蒸气冷却再凝结为液体, 这两个过程的联合操作称为蒸馏。当一个液体混合物沸腾时, 液体上面的蒸气组成与液体混合物的组成不同, 蒸气中以易挥发的, 也即低沸点的组分为主。此时, 把蒸气收集并冷凝成液体, 就可获得与蒸气的组成相同的液体, 由此可收集到易挥分的组分。达到分离提纯的目的。

三、实验药品

工业酒精 60mL。

四、实验装置

实验室中常用的蒸馏装置如图 2-8 所示, 主要包括以下三部分。

1. 蒸馏部分

蒸馏部分主要用蒸馏烧瓶为容器, 液体在瓶内受热气化。要根据蒸馏物的量选择大小合适的蒸馏烧瓶, 一般是使蒸馏物的体积不超过容积的 $2/3$, 也不少于容积的 $1/3$ 。温度计水银球的上缘应恰好与蒸馏头支管接口的下缘在同一水平线上 (见图 2-8), 这样才能保证在蒸馏时水银球完全被蒸气所包围, 以便正确测出蒸气的温度。

2. 冷凝部分

蒸气经蒸馏头进入冷凝管后冷凝成为液体。液体沸点高于 130°C 的用空气冷凝管, 低于 130°C 的用水冷凝管。一般用直形冷凝管, 若液体沸点很低则要用蛇形冷凝管。用水冷凝管时, 其外套中通水, 冷凝水从下口进入, 上口流出, 上端的出水口应向上, 以保证套管中充满水, 如图 2-8 所示。

3. 接收部分

常由接液管和锥形瓶或圆底烧瓶构成, 两者之间不可用塞子塞住, 应与外界大气相通。

安装蒸馏装置应遵循从热源处 (电炉或电热套) 开始, 由下而上、由左到右的顺序原则。例如, 当选用电热套作为热源时, 先把电热套放在合适的位置, 然后在其上方合适的高度处用铁夹垂直夹好蒸馏烧瓶。注意瓶底要距电热套底部 1cm 左右, 以便使之处于空气浴的状态。安装冷凝管时, 要先调整好位置使其与蒸馏头同轴, 然后使冷凝管沿此轴移动和蒸馏瓶相连, 用铁夹夹于冷凝管重心处固定好冷凝管, 再在其尾部连接接液管和接收瓶。整个装置要求准确端正, 无论从正面或侧面观察, 全套仪器的轴线都要在同一平面内, 所有铁夹和铁架台都应尽可能整齐地放在仪器的背部。

五、实验步骤

1. 按要求安装好蒸馏装置。

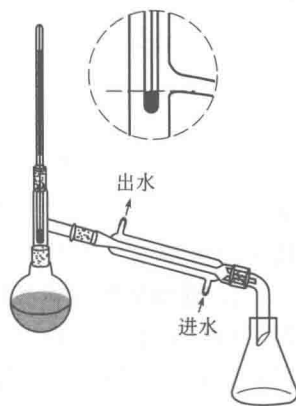


图 2-8 常压蒸馏装置

2. 在蒸馏头口, 放一长颈玻璃漏斗, 经漏斗加入 60mL 工业酒精, 或沿着面对支管的瓶颈壁小心加入, 以免液体从支管流出。加入数粒沸石, 在蒸馏头口插上具塞温度计。再次检查装置以确认无误。

3. 先向冷凝管中缓缓通入冷水, 把上口流出的水引入水槽中, 然后打开电热套开关开始加热。最初宜用小火, 使烧瓶均匀受热, 然后逐渐增大火力, 使液体温度慢慢上升, 当液体开始沸腾时, 可以看到蒸气慢慢上升, 同时液体开始回流。当蒸气顶端到达温度计水银球部位时, 温度计读数就急剧上升。此时应适当调小火力, 使加热速度略为下降, 蒸气顶端停留在原处, 使瓶颈上部和温度计受热, 让水银球上液滴和蒸气达到平衡。然后再稍稍加大火力, 进行蒸馏。

4. 收集温度为 77~79℃ 范围内的馏出液。要控制加热, 调节蒸馏速度, 通常以每秒 1~2 滴馏出液为宜。

5. 当温度上升超过 80℃ 后, 可停止蒸馏; 或如果维持原来的加热程度, 不再有馏出液蒸出, 温度突然下降时, 也应停止蒸馏。即使杂质很少, 蒸馏烧瓶中的液体也不能蒸干。否则, 容易发生意外事故。

6. 蒸馏结束时, 应先停止加热, 后停止通水, 拆卸仪器顺序与装配时相反。

六、实验记录

馏出液沸点, 馏出液体积, 计算回收率。

七、注意事项

1. 蒸馏前应根据待蒸液量的多少, 选择规格合适的蒸馏瓶。瓶子太大, 产品损失相对会增加。表面上看, 液体是蒸完了, 但瓶子中充满了蒸气, 当其冷却后, 即成为液体。

2. 所用的蒸馏头要保证不能漏气, 以免在蒸馏过程中有蒸气渗漏而造成损失, 乃至发生火灾。

3. 当液体中几乎不存在空气, 瓶壁又非常洁净和光滑时, 形成气泡就非常困难。这样加热时, 液体的温度可能上升到超过沸点很多仍不沸腾, 亦即产生“过热”现象。当继续加热时, 液体会突然暴沸, 冲入冷凝管中或冲出瓶外, 造成损失, 甚至造成火灾事故。因此, 在加热前, 应加入几粒沸石。沸石表面疏松多孔, 吸附有空气, 加热时, 可成为液体的气化中心, 避免液体暴沸。若已开始加热, 才发现未加沸石, 必须先移去热源, 待液体冷至沸点以下方可加入。若沸腾中途停止过, 则在重新加热前, 应加入新的沸石。

4. 蒸馏易挥发和易燃的物质, 不能用明火, 否则易引起火灾, 应用热浴。沸点在 80℃ 以下的可用水浴加热, 沸点在 80℃ 以上者可用油浴、砂浴等加热。蒸馏较高沸点的液体, 可用直接火加热, 但在蒸馏瓶下必须垫一石棉网, 否则由于加热不均匀造成局部过热, 引起产品分解或蒸馏瓶破裂。

5. 蒸馏沸点高于 130℃ 的液体时, 需用空气冷凝管。若用水冷凝管, 由于气体温度较高, 冷凝管外套接口处易因温差太大而破裂。

6. 注意蒸馏装置不能成封闭系统, 否则会因压力升高引起仪器破裂或爆炸。

7. 蒸馏时, 要注意控制加热速度, 若加热的火力太大, 会在蒸馏瓶颈部造成过热现象, 使一部分蒸气直接受到火焰的热量, 水银球上的液珠即会消失。此时温度计所示的温度较液体的沸点高。但火力也不能太弱, 否则由于温度计水银球不能为馏出蒸气充分浸润而使温度计上所读得的沸点偏低或不规则。

8. 蒸馏乙醚等低沸点有机溶剂时, 特别要注意蒸馏速度不能太快, 否则冷凝管不能将