

高等医学院校教材
(供医学、儿科、口腔、卫生等专业用)

医学有机化学实验

王家瑛 王爱兰 主编

湖北科学技术出版社

鄂新登字 03 号

医用有机化学实验

◎王家瑛 王爱兰 主编

*

湖北科学技术出版社出版发行

通信指挥学院印刷厂印刷

787×1092 毫米 16 开本 7.725 印张 169 千字

1994 年 1 月第 1 版 1994 年 1 月第 1 次印刷

ISBN7-5352-1426-6/R·273

印数:1-6500 定价:3.90 元

前 言

目前,正式出版的供高等医学院校本科生使用的有机化学实验教材为数甚少,大多数院校自编自用,虽各有千秋,但终因受人力物力所限,深有事倍功半之感。为了改变“孤军奋战”的局面,适应深化教育改革的需要,同济医科大学、广东医学院、桂林医学院、咸宁医学院、湖北医科大学等院校化学教研室的部分教师,通力合作,编写了这本有机化学实验教材,供高等医学院校本科生使用。

本书是以1982年卫生部颁发的教学大纲为依据,汲取国内外同类教材的精华,融合编者多年从事教学实践的经验编写而成的。在编写过程中,力求做到操作方法说明与原理阐述并重,突出“医用”特色,注重科学性、系统性和实用性。书中选编的主要操作技术和基本知识,有训练,有应用,循序渐进,便于学生熟悉和掌握。书中编写的综合实验,这是一般医学院校有机化学实验教材中没有的,它为培养学生独立工作能力,提供了极好的机会。总之,本书具有取材新颖、编排合理、实用性强等诸多优点,通过阅读和实践,必将对医科学生的成长大有裨益。

全书分为有机化学实验的基本知识、有机化合物的分离与提纯、物理常数的测定、有机化合物的元素定性分析和性质实验、合成实验、模型作业等6个部分,共26个实验。授完全书内容约需45学时,各校可视具体情况,酌情取舍,合理选用。

在本书的编写过程中,承蒙参编院校各级领导的热情关怀和大力支持,化学界同仁的鼓励和帮助。另外,在撰写书稿时,编者参考了部分国内外有影响的作者的书籍和论文,选用了部分作者的图表、数据、习题等,限于篇幅,书中没有逐一列出。趁本书问世之际,谨向他们表示深切的谢意。

限于编者的学识水平,加之时间仓促,书中的缺点和错误在所难免,欢迎读者批评指正。

编 者

1993年10月于武汉

目 录

第一部分 有机化学实验的基本知识	1
一、有机化学实验目的	1
二、有机化学实验室规则	1
三、实验室的安全	2
四、有机化学实验常用仪器和设备简介	5
五、仪器的洗涤和干燥	11
六、塞子的选择和加工	12
七、玻璃管的简单加工	13
八、实验预习、记录和实验报告	16
第二部分 有机化合物的分离与提纯	18
一、蒸馏	18
实验一 常压蒸馏	18
实验二 减压蒸馏	22
实验三 水蒸汽蒸馏	26
二、重结晶	30
实验四 苯甲酸的重结晶	30
三、升华	34
实验五 萘和咖啡因的升华	34
四、萃取	37
实验六 液-液萃取和液-固萃取	37
五、色谱法	43
实验七 柱色谱	43
实验八 薄层色谱	48
实验九 纸色谱	53
实验十 氨基酸的纸上电泳	57
第三部分 物理常数的测定	61
实验十一 熔点的测定	61
实验十二 沸点的测定	65
实验十三 折光率的测定	67
实验十四 旋光度的测定	71
第四部分 有机化合物的元素定性分析和性质实验	75
实验十五 有机化合物元素定性分析	75
实验十六 烃、卤代烃的化学性质	77

实验十七 醇、酚、醚的化学性质	79
实验十八 醛、酮的化学性质	81
实验十九 羧酸、羧酸衍生物、取代羧酸的化学性质	83
实验二十 含氮有机化合物的化学性质	86
实验二十一 糖类、氨基酸和蛋白质的化学性质	88
实验二十二 综合实验	92
第五部分 合成实验	95
实验二十三 乙酰水杨酸的制备	95
实验二十四 乙酰苯胺的制备	98
实验二十五 乙酸乙酯的制备	100
实验二十六 水杨酸甲酯的制备	102
第六部分 模型作业	104
附录一 某些有机化合物的物理常数(20°C)	108
附录二 试剂的配制	109
附录三 常用干燥剂的性能与应用范围	111
附录四 常用洗涤液的配制	112

第一部分 有机化学实验的基本知识

一、有机化学实验目的

有机化学是一门以实验为基础的学科,学习有机化学必须认真做好有机化学实验。医学院校有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分,其主要目的是:

- 1、通过实验,使学生掌握有机化学实验的基本操作技能。
- 2、配合课堂教学、验证、巩固和加深课堂讲授的基本理论和基本知识。
- 3、培养学生分析问题和解决问题的能力,以及实事求是的科学态度,严谨的科学作风和良好的实验工作习惯。

二、有机化学实验室规则

为了保证实验的顺利进行和培养良好的实验室作风,学生做实验时必须遵守下列实验室规则:

- 1、必须遵守实验室的各项规章制度,听从教师指导。
- 2、实验前应做好一切准备工作,认真进行实验预习,做到心中有数。
- 3、实验中应保持安静和遵守纪律,做到认真操作,仔细观察,如实记录,积极思考。不得大声说笑,不得擅自离开实验室。要注意安全,如有意外事故发生,必须立即报请教师及时解决和处理。
- 4、严格按照操作规程和实验步骤进行实验,牢记教师强调的实验关键和注意事项;学生若有新的见解或建议,要改变实验步骤和试剂规格及用量时,应先请示教师,获准后方可进行。
- 5、应经常保持实验室整洁,做到仪器、桌面、地面和水槽四净。待用的仪器药品应摆得井然有序。装置要规范、美观。废纸和火柴梗等固体废物应丢入指定的地方,不得扔在地上或水槽中,废酸和废碱应小心地倒入废液缸内。
- 6、要爱护公物。公用仪器、药品和器材应在指定地点使用,用完后及时放还原处并保持其整洁,严格防止药品的相互污染。要节约水、电、煤气及消耗性物品,严格控制药品用量,要爱护仪器,仪器如有损坏要办理登记手续给予补发,并按制度赔偿。
- 7、实验完毕后,必须及时做好实验后处理工作。处理废品、清洗、整理仪器,检查安全。根据原始记录,分析总结,做好实验报告,经教师允许后方可离开实验室。
- 8、学生轮流值日,值日生应负责整理公用仪器、药品和器材,打扫实验室,清理公共实验桌面和水槽,倒清废物、检查水、电、火、关好门窗。

三、实验室的安全

在进行有机化学实验时,所用的药品绝大多数是易燃、易爆、有毒和有腐蚀性的物质,所用的仪器大部分是玻璃制品,如使用处理不当,就有可能发生着火、爆炸、烧伤、割伤或中毒等事故。然而只要具有实验基本常识及注重安全操作,严格执行操作规程,并采取适当的预防措施,事故是完全可以避免的。

为了防止发生事故,保证实验正常进行,学生必须注意如下事项。

(一)实验事故的预防

1、着火的预防

在有机化学实验室,经常使用酒精、乙醚、丙酮、汽油、乙酸乙酯和苯等易挥发、易燃烧的溶剂,操作不慎、易引起着火事故。预防着火,应随时注意以下几点:

(1)操作或处理易挥发、易燃烧的溶剂时,应远离火源。

(2)切勿将易燃溶剂放在烧杯等广口容器中加热,也不能用直接明火加热,而应用回流装置并于水浴或蒸汽浴中进行。

(3)回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若加热后发现未加沸石,必须停止加热,待液体稍冷后再补加。

(4)易燃及易挥发物,不得倒入废液缸内,大量的应倒入指定回收瓶中,待专门处理;少量的可倒入水槽用水冲走。

(5)在实验室里不准贮放大量易燃物质。

(6)防止煤气管、阀漏气。

2、爆炸的预防

实验时,仪器堵塞或装配不当,减压蒸馏使用不耐压的仪器,违章使用易爆物,以及反应过于猛烈,难于控制都有可能引起爆炸。为防止爆炸,应注意以下几点:

(1)常压操作时,仪器装置必须与大气相通,切勿在封闭系统内进行加热或反应,并应防止仪器装置出现堵塞。否则使其体系压力增加,导致爆炸。

(2)减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器,不得使用机械强度不大的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶等),否则可能发生爆炸。

(3)切勿使易燃易爆的气体接近火源,如使用氢气、乙炔等时要保持室内空气畅通,严禁明火。

(4)小心使用易爆物质,严格遵守操作规程。如有机过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯等都不能受热或撞击,以免引起爆炸。含过氧化物的乙醚蒸馏时,有爆炸的危险,事先应用硫酸亚铁处理以除去过氧化物,而且不能蒸干。干燥的重金属乙炔化物受到撞击,立即爆炸。要及时用浓盐酸或浓硝酸使其分解。干燥的重氮盐受震动易爆炸。一般应现合成,随即使用。

(5)反应过于猛烈,要根据不同情况采取冷冻和控制加料速度等。

3、中毒的预防

实验中接触到的有机化合物,不少是有毒的,有的甚至是剧毒药品。人们所熟悉的苯,不但刺激皮肤,引起顽固性湿疹,而且对造血系统及中枢神经系统均有损害。误服 5~10 毫升甲醇

即可产生严重症状,如恶心、呕吐、呼吸困难等。尤其以视神经损害最为明显,病人自觉两眼视力模糊,晚上看灯光有光晕,或视野缩小或有中心性暗点。苯酚能灼伤皮肤,引起坏死或皮炎。芳香硝基化合物中毒后,引起顽固性贫血及黄疸病。苯胺及其衍生物可引起贫血,且其影响持久。不少生物碱具有强烈毒性,少量即可导致中毒,甚或死亡。现有资料表明,化学致癌物质主要是有机物,除部分稠环芳烃外,苯、氯乙烯、联苯胺、 β -萘胺等已证明对人类具有致癌性。丙烯腈、四氯化碳、硫酸二甲酯、环氧乙烷、非拉西丁等,现有证据表明对人类可能具有致癌性。产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。在实验中,要防止中毒,应切实做到以下几点:

(1)切勿让化学药品沾在皮肤上,尤其是极毒的药品。称量任何药品都应使用工具,不得用手直接接触,并应特别注意避免伤口及擦伤部位与毒品接触。取用有腐蚀性化学药品时可戴橡皮手套和防护眼镜。实验完毕要及时认真洗手。

(2)实验室应通风良好,尽量避免吸入化学药品的烟雾和蒸气。处理有毒或有腐蚀性、刺激性物质时,应在通风橱中进行,防止有机物蒸气扩散在实验室内。

(3)不得用口尝试任何化学药品,严禁在实验室内饮食。沾染过有毒物质的器皿应及时清洗,并采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。

(4)玻璃割伤的预防

造成割伤者,一般有下列几种情况:

(1)装配仪器时用力过猛或装配不当。

(2)装配仪器用力处远离连接部位,如图 0—1 中(b);插入弯形玻璃管时,把弯曲处当成旋柄来用力,如图 0—1(d)。

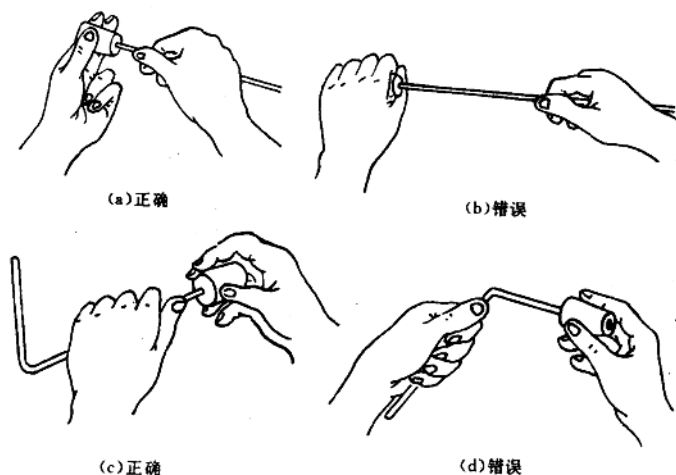


图 0—1 玻璃管插入塞子

(3)仪器口径不合而勉强连接。

(4)玻璃折断面未烧圆滑,有棱角。

预防玻璃割伤,要注意以下几点:

(1)装配仪器时,应首先选定主要仪器的位置,然后按一定的顺序,一般是从下到上,从左到右逐个地装配其它仪器。仪器之间的连接必须做到位置适当和松紧适当,切忌使玻璃仪器的任何部分承受过度的压力或张力。拆卸仪器时,按照与装配时方向相反的顺序,逐个地拆除。

(2)玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔以消除棱角。

(3)将玻璃管(或温度计)插入橡皮管、橡皮塞或软木塞时,应先用水或甘油润湿玻璃管插入的一端,然后一手持橡皮管、橡皮塞或软木塞,一手捏着玻璃管,用力均匀逐渐旋转插入。应当注意的是,插入或拔出玻璃管时,手指捏住玻璃管的位置与塞子(或橡皮管)的距离不可太远,一般保持2~3厘米的距离,如图0—1(a)和(c)。

(二)事故的处理

1、着火

一旦发生着火事故,不要惊慌失措,首先应立即熄灭附近所有火源,切断电源,迅速移去着火现场周围的易燃物,用石棉布、干砂或适当的灭火器材灭火。有机溶剂着火时,在大多数情况下,严禁用水灭火。因为一般它们比水轻,若用水浇,燃着的液体将在水面上蔓延开来,反使燃烧面积更加扩大。

桌面或地面有机溶剂着火,若火势不大,可用淋湿的抹布、石棉布盖熄或用干砂扑灭。仪器内溶剂着火时,最好用大块石棉布盖熄。而不要用砂子,以免打碎玻璃仪器。若火势较大,应使用泡沫灭火器和二氧化碳灭火器。如果电器设备着火,用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火(但由于四氯化碳在高温时产生剧毒的光气,故不宜在通风不良的实验室内使用)。无论采用何种灭火器,都应从火的四周开始向中心扑灭。

如果实验者衣服着火,切勿惊慌乱跑,以免因空气的扰动而使火焰扩大。可迅速脱下衣服或用石棉布、厚外套覆盖着火处;情况危急时应就地卧倒打滚,将火闷熄。

2、烫伤

切忌用自来水冲洗。轻伤者涂以烫伤油膏如万花油、兰油烃等,重伤者应立即送医院。

3、化学灼伤

皮肤被酸或碱灼伤时,应立即用大量水冲洗,然后酸用5%碳酸氢钠(或肥皂水、稀氨水)洗,碱则用1%醋酸(或5%硼酸)洗;最后再用水冲洗,并涂上药用凡士林。

皮肤被溴灼伤时,伤处立即用石油醚或酒精冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,然后用蘸有甘油的棉花擦,再敷上烫伤油膏。

若将酸液或碱液溅入眼中,立即用大量水冲洗,可用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗。若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,则再用1%硼酸溶液冲洗。最后用水洗。冲洗后,如果眼睛仍未恢复正常,应马上送医院治疗。

应当着重指出的是,溴引起的灼伤往往特别严重。若将溴液溅入眼中,除迅速按上述酸液溅入眼中的方法作初步处理外,应立即送医院。

4、玻璃割伤

如果为一般轻伤,应立即挤出污血,用消毒过的镊子取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红汞药水,再用绷带包扎,不要使伤口接触化学药品引起中毒;如果为大伤口,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止出血,急送医院治疗。

四、有机化学实验常用仪器和设备简介

(一) 普通玻璃仪器

常用的普通玻璃仪器如图 0—2 所示。

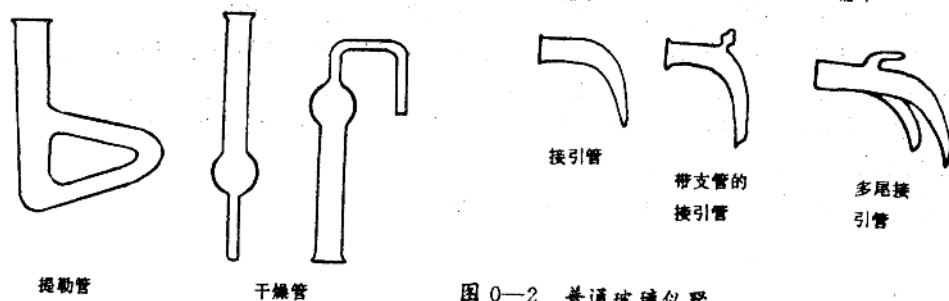
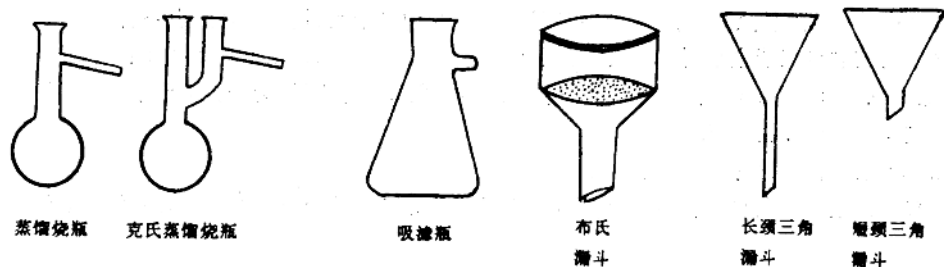
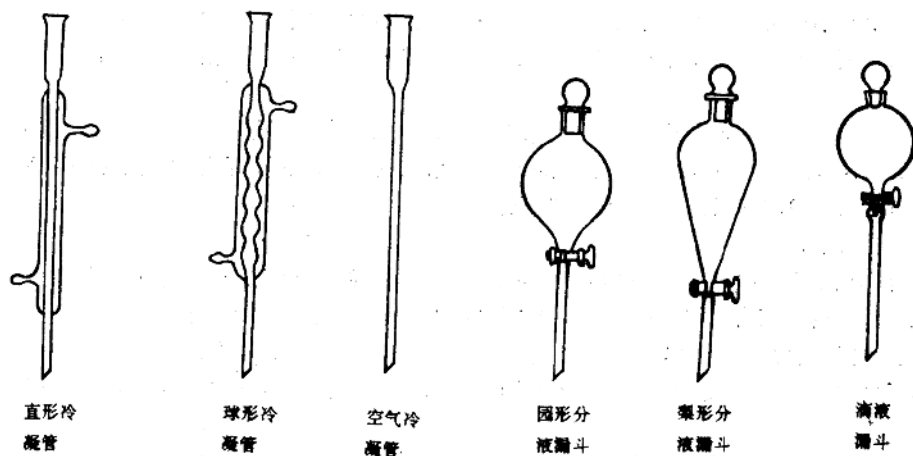
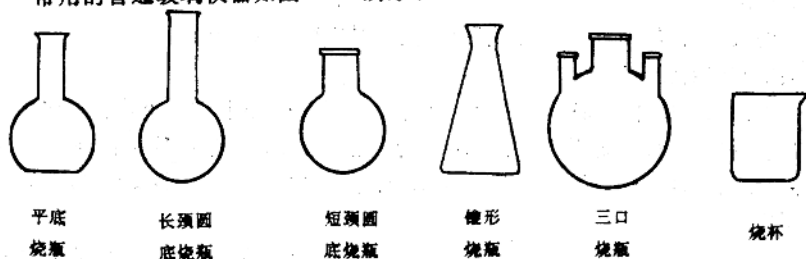


图 0—2 普通玻璃仪器

学生有机化学实验常备仪器和设备：

试管 10 支 离心管 2 支 烧杯(250ml、100ml)各 1 个 锥形瓶(250ml、150ml)各 2 个
量筒(50ml、10ml)各 1 个,三角漏斗 酒精灯 蒸发皿 玻璃棒 试管架 试管夹 铁三角
架 泥三角 石棉网。

化学实验用的玻璃仪器一般是由钾玻璃制成,使用时要注意以下几点：

- 1、使用玻璃仪器时要轻拿轻放。
- 2、除试管可直接火加热外,一般加热玻璃仪器时至少要垫石棉网,或在电热套内加热。
- 3、厚壁玻璃仪器如吸滤瓶,耐压不耐热,不能加热;锥形瓶、平底烧瓶不耐压,不能用于减压系统;广口容器如烧杯、广口瓶不能贮放有机溶剂;计量容器如量筒不能高温烘烤,不能代替试管进行化学反应。
- 4、温度计不能当玻棒使用,温度计用后要缓慢冷却,特别是用有机液体作膨胀液的温度计粘度较大,冷却快了液柱可能断线。不能用冷水冲洗热温度计,以免炸裂。
- 5、玻璃仪器使用后要及时清洗,干燥(不急用时,通常以倒置晾干为好)
- 6、具活塞的玻璃仪器如分液漏斗清洗后,若长时间不用,应在活塞与磨口之间垫上纸片,以防粘住。
- 7、冷凝管是在蒸馏和回流操作中用于冷凝馏液的仪器。直形冷凝管用于冷凝沸点在 140°C 以下的液体,球形和蛇形冷凝管对蒸气的冷凝效果比直形冷凝管要好些,适用于加热回流,空气冷凝管用于冷凝沸点在 140°C 以上的液体。

(二)标准磨口仪器

在有机化学实验中,常用带有标准磨口的玻璃仪器,统称为标准磨口仪器。这种仪器可以和有相同编号的标准磨口相互连接。这样,既可免去配塞子及钻孔等手续,节约时间,使用方便,又能避免反应物或产物被软木塞或橡皮塞所沾污。常用的一些标准磨口仪器见图 0—3。

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,可按需要组装各种型式的实验装置。

由于仪器的容量大小及用途不一,故有不同的编号,通常标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 等多种。这里的数字编号是指磨口最大端直径的毫米数,相同编号的内外磨口可以紧密连接。有的磨口仪器也常用两个数字表示磨口大小,例如 14/30,则表示此磨口最大处直径为 14 毫米,磨口长度为 30 毫米。有时两种玻璃仪器因磨口编号不同,无法直接连接时,则可借助于不同编号的磨口接头,使之连接起来。

使用标准磨口仪器时应注意以下几点：

- 1、磨口必须洁净,不得粘有固体物质,否则会使磨口对接不紧密而导致漏气,甚至会损坏磨口。
- 2、用后应立即拆卸洗净,否则,长期放置后磨口的连接处常会粘牢,难以拆开。
- 3、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,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而粘牢,无法拆开。
- 4、安装标准磨口仪器装置时,应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则仪器易破裂,特别是在加热时,仪器受热、应力更大。
- 5、洗涤磨口时,应避免用去污粉擦洗,以免损坏磨口。

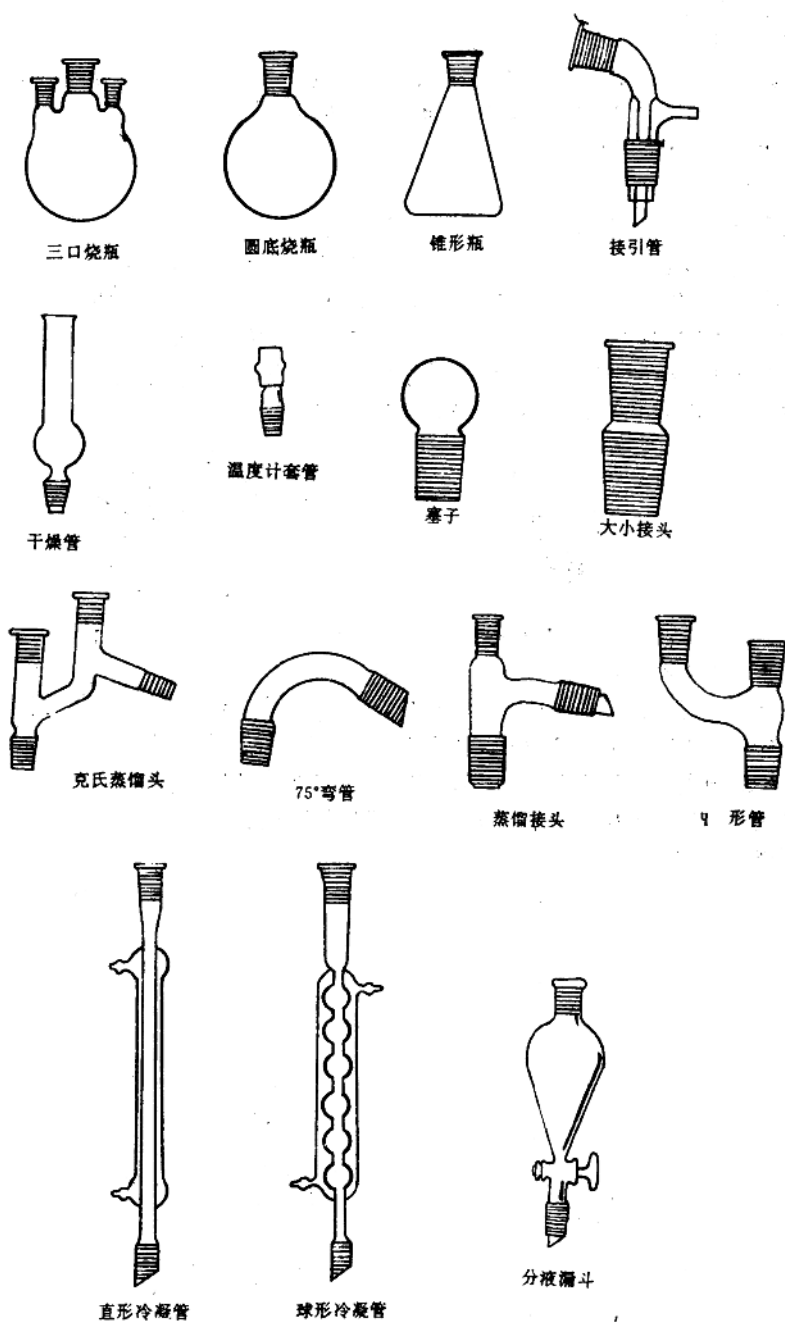


图 0—3 常用的标准磨口仪器

(三)用具和设备

1、保温漏斗(图 0—4)

保温漏斗也称热水漏斗,用于需要保温的过滤。它是由铜或铁皮做成的夹层漏斗,一边带有支管。三角漏斗的外壁紧贴保温漏斗的内壁。过滤时,夹层内注入热水,必要时并可在支管处加热以保持所需要的温度。

2. 水浴锅(图 0—5)

水浴锅系金属材料制品,其盖由大小不同的金属同心圆组成。通常水浴锅中盛水(其水量不要超过水浴锅容量的三分之二),用加热设备加热水浴锅就构成水浴。当加热物质要求受热均匀,而温度又不超过 100°C 时,可利用水浴加热。应用水浴进行间接加热时,若所需温度在 90°C 以下,可将盛物料的容器部分浸在水中(注意勿使容器接触水浴锅底部);如果需加热到 100°C 时,可用沸水浴,也可以把容器放在水浴锅的圈上,利用水蒸汽来加热。

如果试管反应需用水浴加热,可用烧杯代替水浴锅使用。

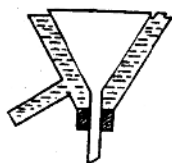


图 0—4 保温漏斗



图 0—5 水浴锅

3. 水蒸汽发生器(图 0—6)

通常水蒸汽发生器系金属制品。A 中盛水,在其底部加热,产生水蒸汽,用于水蒸汽蒸馏实验。玻管 C 为液面计,可以看出发生器内水面的高度。通常盛水量以不超过其容积的 $2/3$ 为宜,如果太满,沸腾时水将冲出发生器的上侧管。B 为安全玻管,应当几乎插到发生器 A 的底部。当容器内气压太大时,水可沿着 B 上升以调节内部压力。

4. 酒精喷灯(图 0—7)

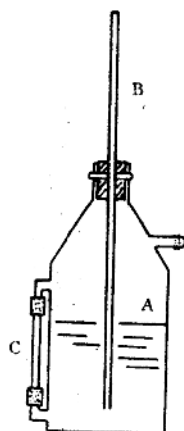


图 0—6 水蒸汽发生器

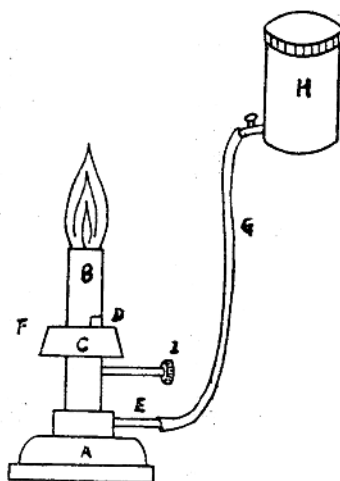


图 0—7 酒精喷灯

它又简称为喷灯,有几种类型,下面仅介绍一种挂式酒精喷灯。这种喷灯由灯座 A、灯管 B、预热盘 C、风门 D、入液管 E、蒸气喷嘴 F、开关 I、橡皮管 G 以及酒精吊桶 H 等组成。喷灯燃烧时,由于酒精气化后先与风门进入的空气混合再燃烧,能产生较高的温度,可达 1000°C 以上,用于需要高温时的加热,普通酒精灯的温度只有 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ 。

使用喷灯时,先在预热盘 C 加上酒精,并点燃预热盘中的酒精。待灯管、蒸气喷嘴烧热后,打开风门、开关和酒精吊桶上的开关。酒精经过预热后的灯管和喷嘴时,被气代喷出。在灯管管口燃烧。调节风门和开关使火焰达到所需要的温度。喷灯使用完毕,关闭开关,火焰自动熄灭。

5. 塞子钻孔器(图 0—8)

塞子钻孔要用钻孔器。钻孔器是一套直径不同的金属管,属切削刀具,一端磨得很锋利,用来钻孔;另一端有手柄。中间有一个带圆头的铁杆,用来捅出钻孔时进入钻孔器中的软木条或橡皮条。

6. 水泵(图 0—9)

水泵可用玻璃或金属制成,其效能与其构造、水压、泵中水流速度及水温有关,实验室常用水泵进行减压。水泵所能达到的最低压力理论上为当时水温下的水蒸气压,例如,水温在 25°C 、 20°C 、 10°C 时,水蒸气压分别为 24、18、9 毫米汞柱⁽¹⁾,实际上一般可达 7~25 毫米汞柱,这样的真空度已能满足一般减压蒸馏的需要。

在实验室里,特别是在水压不足的情况下,还可采用循环水泵,它是一种以循环水为工作液的喷射泵,其真空度通常可达 10~30 毫米汞柱。

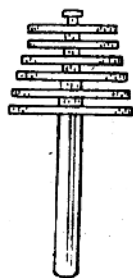
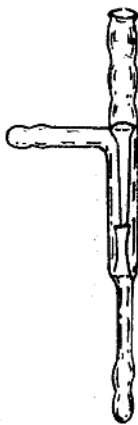
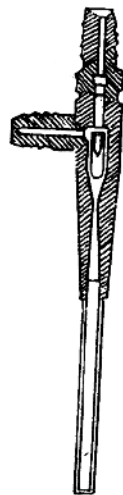


图 0—8 塞子钻孔器



(a) 玻璃制



(b) 金属制

图 0—9 水泵

7. 油泵

油泵的效能决定于油泵机械结构以及油的好坏。泵油的蒸气压必须很低,一般使用精炼的高沸点矿物油。好的油泵能使最低压力达到 $10^{-1}\sim 10^{-3}$ 毫米汞柱。在用油泵进行减压蒸馏时,如果有挥发性的有机溶剂、水或酸的蒸气,都会损坏油泵。因为挥发性较大的有机溶剂蒸气被

油吸收后,就会增加油的蒸气压从而降低了真空效能,而酸性蒸气会腐蚀油泵的机件。水蒸汽凝结后与油形成浓稠的乳浊液,污染了真空油,破坏了油泵的正常工作。因此,使用油泵时必须注意采取下列保护措施:

(1)在蒸馏系统和油泵之间,必须装有吸收装置。

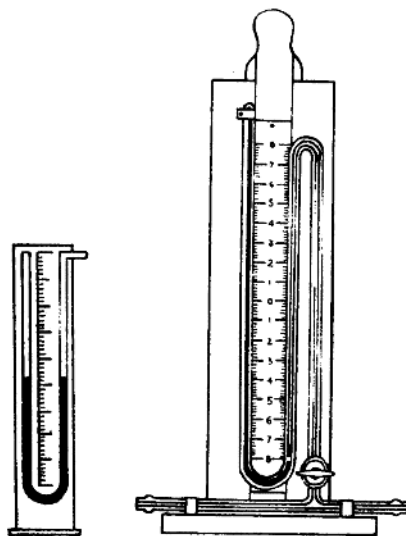
(2)蒸馏前必须先用水泵彻底抽去系统中的有机溶剂的蒸气。

(3)如能用水泵抽气的,则尽量使用水泵。如蒸馏物中含有挥发性杂质,须先用水泵减压抽除,然后改用油泵。

在实验室如要获得高真空($10^{-3} \sim 10^{-8}$ 毫米汞柱)主要用扩散泵。扩散泵所用的工作液可以是汞或其它特殊油类,其极限真空决定于工作液体的性质。

8. 水银压力计(图 0—10)

实验室通常采用水银压力计来测量减压系统的压力。图 0—10(a)为开口式水银压力计,两臂汞柱高度之差为大气压力与系统中压力之差,因此系统内的实际压力(真空度)应是大气压力减去这一汞柱的差数。图 0—10(b)为封闭式水银压力计,两臂液面高度之差即为系统中的真空度。测定压力时,可将管后木座上的滑动标尺的零点调整到右臂的汞柱顶端线上,这时左臂的汞柱顶端线所指示的刻度即为系统的真空度。



(a) 开口式

(b) 封闭式

图 0—10 水银压力计

9. 电热套

电热套实际上是一只改装的小电炉。外壳由金属制成,里面凹进去由玻璃纤维织品做成半球形或圆锥形,刚好使烧瓶套入。玻璃纤维织品下面埋着盘旋的电热丝,通电后即可加热。电热套使用方便,控制温度容易(配有调压器),而且不易使有机溶剂着火,是有机实验中一种比

[1] 1 毫米汞柱(mmHg) = $1/760$ 大气压(atm) = 133.322 帕(Pa)

较理想的加热设备。

10. 烘箱

实验室中常用的是电热鼓风干燥箱,温度可以控制在 $50\sim 300^{\circ}\text{C}$,箱内有自动控制系统,使温度保持恒定。能干燥玻璃仪器或烘干加热不易分解的药品。易燃、易爆、易挥发以及有腐蚀性的物品禁止放入烘箱内。烘箱用过,应切断外电源以保证安全。

五、仪器的洗涤和干燥

(一)仪器的洗涤

实验时,必须使用清洁的玻璃仪器,以避免杂质混入反应体系中影响实验结果。应该养成实验完毕后立刻洗净仪器的好习惯。立即洗涤,不但容易洗净,而且由于了解污物的成因和性质,便于找出处理污物的合适方法,例如,碱性污物和酸性污物分别用酸和碱液处理,就可能将污物除去,否则日子久了,就会给洗涤工作带来很多困难。

洗涤仪器的最简易方法是用毛刷和去污粉擦洗。有时肥皂里掺入一些去污粉,或用合成洗涤剂 and 去污粉,洗刷效果更好。洗刷后,再用清水将仪器冲洗干净。有时去污粉的微小粒子粘附在器壁上不易被水冲走,或用2%盐酸摇洗一次,再用清水冲洗。仪器倒置,器壁不挂水珠,即已洗净;可供一般实验用。

有时遇到有机反应的残留物为胶状或焦油状物,用肥皂和去污粉很难洗净,这时可根据其性质采用回收的有机溶剂如乙醇、丙酮或石油醚等浸泡,必要时可将浸泡有机溶剂的仪器在水浴上温热,以除去污物。

有机实验室里有时也用铬酸洗液洗涤仪器,因为铬酸洗液有很强的氧化性,对有机物和油污去污能力特别强。在使用铬酸洗液前,应把仪器上的污物,特别是还原性物质尽量除去,倾去里面的水,然后缓缓倒入洗液,将仪器倾斜慢慢转动,让洗液充分润湿不干净的内壁,数分钟后把洗液倒回原瓶中。然后加入少量水,摇荡后,把洗液倒入废液缸内,最后用自来水把仪器冲洗干净。若污物为粘在内壁的少量炭化残渣,可加入少量洗液或浓硝酸,把残渣浸泡几分钟,再用游动小火焰均匀地加热该处,直至洗液开始冒气泡,此时炭化残渣被氧化即可除去,将用过的少量洗液弃去,不要倒回原瓶。然后如上法洗刷。

若玻璃仪器用于精制产品或做有机分析,用上法洗涤后,还要用蒸馏水荡洗二、三次。

切忌盲目使用各种化学试剂和有机溶剂洗涤仪器。这样不仅造成浪费,而且还可能带来危险,特别是硝酸与许多有机物反应激烈,应注意避免发生意外事故。

(二)仪器的干燥

在有机实验中,有时需要干燥的仪器。仪器洗净后不能用布或纸去擦拭。否则,布或纸的纤维留在仪器壁上,沾污仪器。下面介绍几种干燥仪器的简单方法:

1、晾干

非立即使用的仪器,洗净后可以放置干燥处,任其自然干燥。例如,烧杯可倒置于柜子里;蒸馏烧瓶、锥形瓶和量筒等可倒套在试管架的木桩上;冷凝管可用夹子夹住,竖放在柜子里。

2、加热干燥

洗净的仪器可以口朝上放在电烘箱内烘干。烘箱的温度控制在 105°C 左右,经 $0.5\sim 1$ 小

时后,停止加热,冷至室温再取出。如果急用,可用坩锅钳把仪器从烘箱里拿出来,放在石棉板上慢慢冷却,勿使很热的仪器碰到冷水或冷的金属表面,以免炸裂。带有刻度的计量仪器,不能在烘箱中烘干,因为它会影响仪器的精密度;厚壁仪器,如吸滤瓶,冷凝管等,也不宜在烘箱中烘干。如临时急用烧杯、锥形瓶和蒸发皿等可置于石棉网上,用小火烘干。试管可以直接用火烤干,但管口必须朝下,避免水珠倒流炸裂试管。

3、有机溶剂干燥

仪器急需干燥时,可采用这种方法。仪器洗净并尽量沥干后,加入少量酒精(或丙酮),倾斜并转动仪器,器壁上的水即与酒精混溶,然后将仪器内液体倒入回收瓶中,再用电吹风吹干。先通入冷风1~2分钟,当大部分溶剂挥发后,再吹入热风使干燥完全(有机溶剂蒸气易燃易爆,故不宜先用热风吹)。吹干后,最后再吹冷风使仪器逐渐冷却。

六、塞子的选择和加工

为使各种不同的仪器装配成所需的实验装置,就要借助于塞子。目前虽已有一些实验室采用标准磨口仪器,也不免要用到一些塞子,实验室中常用的塞子有软木塞和橡皮塞。

(一)塞子的选择

塞子选配是否得当,对实验具有一定的影响。在有机化学实验中,一般选用软木塞。橡皮塞容易受有机溶剂侵蚀而溶胀,且在高温下易变形,价格也较贵。只有在特殊情况下,如减压蒸馏和减压过滤操作时,才选用橡皮塞,以防漏气。

选用的软木塞,其表面不要有裂纹和深洞,大小应与瓶口或管口相配合,不然有漏气的危险。由于软木塞内部疏密不均,可用一块木板或用软木塞滚压器先将塞子逐步压紧压软。橡皮塞和压紧后的软木塞塞入瓶口或管口的部分不能少于塞子高度的 $\frac{1}{3}$,也不能多于 $\frac{2}{3}$ (图0—11)。

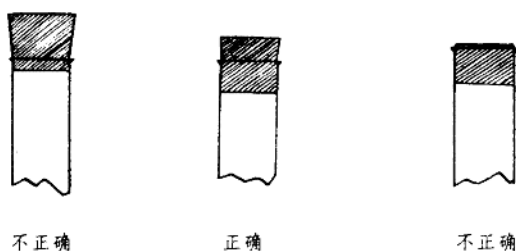


图 0—11 塞子的选择

(二)塞子的钻孔

在实验中,有时需要在塞子上插入玻璃管或温度计等,所以要对塞子进行钻孔。塞子的钻孔可用塞子钻孔器进行。

1、软木塞钻孔

根据要插入管子的外径,选择一个比管子外径略小一点的钻孔器金属管。钻孔时,先用手指转动钻孔器,在塞子的中心割出印痕。然后将塞子的小头向上,放在桌面上,用左手扶紧塞