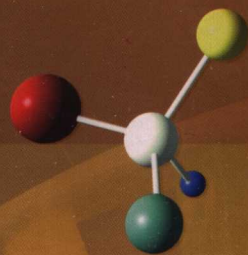


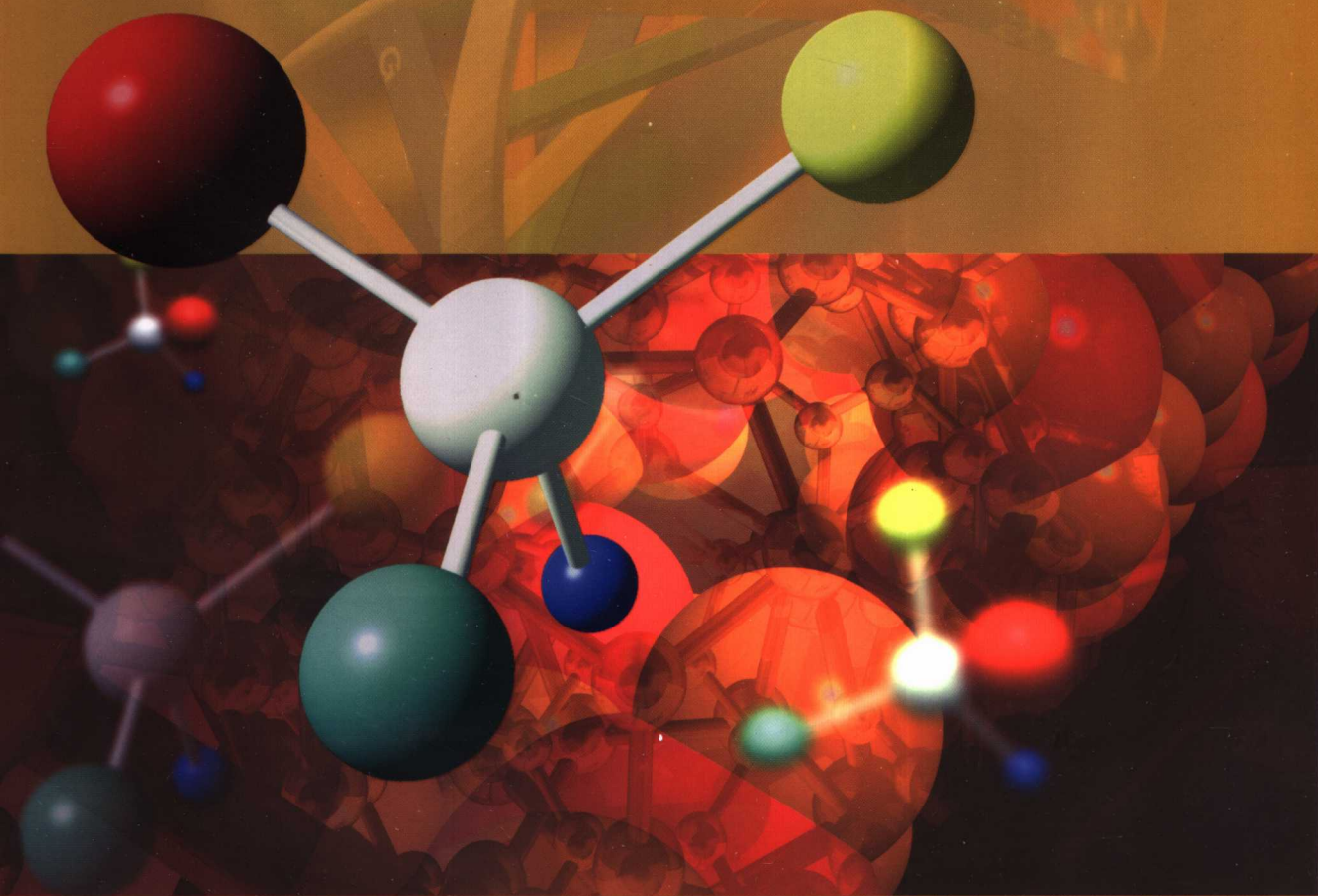
高等学校教材



有机化学实验

(第二版)

赵建庄 符史良 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

高等学校教材

有机化学实验

(第二版)

赵建庄 符史良 主编

高等教育出版社

内容提要

本书是普通高等教育十一五国家级规划教材——《有机化学》(第二版)的配套用书,是在获北京市高等教育优秀教学成果一等奖的北京市精品教材《有机化学实验》的基础上修订而成的。

全书由八个部分组成:有机化学实验的一般知识;基本操作,包括蒸馏、分馏、萃取、重结晶、升华、熔点及沸点测定、色谱法等;有机化合物的制备;天然有机化合物的提取;有机化合物的基本性质;有机化合物官能团的鉴定;微型和小型实验简介;附录。书中对实验的难点与关键有较详细的注解,每个实验后均有思考题。附录中有各种数据和方法供查阅。

本书可供高等农林院校农、林、牧、医、食品、水产和其他生物学科等专业本科生使用,也可供其他院校相关专业及农林科技工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/赵建庄,符史良主编. —2版. —北京:
高等教育出版社,2007.10
ISBN 978-7-04-022477-1

I. 有… II. ①赵…②符… III. 有机化学-化学实验-
高等学校-教材 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 144409 号

策划编辑 郭新华 责任编辑 岳延陆 封面设计 张楠 责任绘图 郝林
版式设计 张岚 责任校对 俞声佳 责任印制 宋克学

出版发行 高等教育出版社

社址 北京市西城区德外大街4号

邮政编码 100011

总机 010-58581000

经销 蓝色畅想图书发行有限公司

印刷 高等教育出版社印刷厂

购书热线 010-58581118

免费咨询 800-810-0598

网址 <http://www.hep.edu.cn>

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

网上订购 <http://www.landracom.com>

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

畅想教育 <http://www.widedu.com>

开本 787×1092 1/16

印张 12

字数 280 000

版次 2003年7月第1版

2007年10月第2版

印次 2007年10月第1次印刷

定价 13.10元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 22477-00

编写委员会成员

主 编：赵建庄 符史良

副主编：张甲敏 刘涌洲 贺敏强 黄丽莎

编 委：（按拼音字母为序）

姜小莹	李长恭	李 锐	梁 丹	冷丰收	魏朝俊
吴伟杰	温燕梅	朱多林	张毅军	赵晋忠	

第二版前言

本书是在原北京市高等教育精品教材《有机化学实验》(2003.7 高等教育出版社出版)的基础上修订而成的。本教材可作为普通高等教育十一五国家级规划教材《有机化学》(第二版)的配套用书,也可独立使用,供高等农林院校农、林、牧、医、食品、水产和其他生物学科等专业本科生使用,也可供有关院校及农林科技工作者参考。

有机化学是一门实验性学科,实验教学在其专业课学习中占有十分重要的地位,动手能力、综合分析能力和创新能力的培养主要通过实验教学来完成。有机化学实验既要配合有机化学的讲课,又要有相对的独立性和系统性。对学生要加强基本操作训练,使他们能够做到正确使用仪器、规范基本操作、重视制备实验和熟悉验证性实验,以帮助学生理解和巩固所学到的有机化学知识。本教材制备实验以常量为主,同时也选取了个别微型和小型实验,以减少污染、节省药品、缩短反应时间。

书中包括了有机化学实验的一般知识、基本操作、有机化合物制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的性质、有机化合物官能团的鉴定、微型和小型实验简介及附录等八个方面的内容。基本操作实验选编了有机化学实验中常用的实验操作,涉及了绝大部分常用的有机化学实验仪器,介绍了有机化学实验中主要操作项目,除简要叙述基本原理、操作步骤和注意事项外,大部分项目还编写了实验内容,可为学生比较全面地掌握常用化学实验技能打下一定的基础。各校可根据实际情况对基本操作独立进行训练,或者结合有机物制备、天然有机物提取等实验进行。制备实验使学生在基本操作实验基础上学会综合运用这些实验手段。在选择制备实验时兼顾了产物官能团类型、化学反应类型等因素。为了体现农林院校的特点和要求,天然有机物的提取和基本性质等方面的实验内容相对较多。本书对每个实验的难点与关键均有较详细的注释,每个实验后均有思考题。附录中有各种数据和方法供查阅。

本书所选实验,既有常规仪器的训练,又有精密仪器的使用。波谱技术的应用,使有机化学的实验方法起了很大的变化,考虑到目前各院校的设备条件,本书只列入紫外光谱和红外光谱方法。

本书由北京农学院、广东海洋大学、山西农业大学、延边大学、河南科技学院、江苏大学、佛山科学技术学院的有机化学教师共同编写。初稿完成后,在北京为本书举行了研讨会,会后编者根据各校的意见和建议,进行了认真的修改和调整,经过主编、副主编审稿,修改,最后由主编通读定稿。

本书修订过程中得到参编的七所院校的领导和有关教师的关心和支持,并得到了全国高等

学校教学研究中心、北京市高等教育精品教材重点建设项目出版资助,高等教育出版社化学编辑郭新华为此书的编写提供了许多指导性建议,在此一并表示衷心的感谢。

编 者

2007 年 8 月

第一版前言

本书是北京市高等教育精品教材立项项目。根据全国高等农业院校有机化学教学研讨会(浙江)上制定的《有机化学教学大纲》的要求,在曾获得北京市高等教育优秀教学成果一等奖(2001.9)的《有机化学实验》基础上编写了这本实验教材,供农、林、水高等院校和其他生物学科各专业本科生使用,也可供有关院校及农林科技工作者参考。

有机化学实验既要配合有机化学的讲课,又要有相对的独立性和系统性。对学生要加强基本操作训练,使他们能够做到使用仪器正确,基本操作规范;重视制备实验,熟悉验证性实验,以帮助学生理解和巩固所学到的有机化学知识。制备实验以常量为主,同时也选取了个别微型和小型实验,以减少污染、节省药品、缩短反应时间。

书中包括了有机化学实验的一般知识、基本操作、有机化合物制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的性质、有机化合物官能团的鉴定、微型和小型实验简介及附录共八个方面的内容。基本操作实验选编了有机化学实验中常用的实验操作,涉及了绝大部分常用的有机化学实验仪器,介绍了有机化学实验中主要操作项目,除简要叙述基本原理、操作步骤和注意事项外,大部分项目还编写了实验内容,可为学生比较全面地掌握常用化学实验技能打下一定的基础。学校可根据实际情况对基本操作独立进行训练,或者结合有机物制备、天然有机物提取等实验进行。制备实验使学生在基本操作实验基础上学会综合运用这些实验手段。在选择制备实验时兼顾了产物官能团类型、化学反应类型等因素。为了体现农林院校的特点和要求,天然有机物的提取和基本性质等方面的实验内容相对较多。书中对每个实验的难点与关键均有较详尽的注释,每个实验后均有思考题。附录中有多种表格供查阅。

本书所选实验,既有常规仪器的训练,又有精密仪器的使用。波谱技术的应用,使有机化学的实验方法起了很大的变化。考虑到目前各院校的设备条件,只列入了紫外和红外。

本书由北京农学院、中国农业大学、吉林农业大学、湛江海洋大学、西南农业大学、内蒙古农业大学、河南职业技术师范学院、天津农学院、延边大学农学院、大连水产学院和北京农业职业学院的有机化学教师共同编写。初稿完成后,在北京为本书举行了研讨会,会后编者根据各校的意见和建议,进行了认真的修改和调整,经过主编、副主编审稿、修改,最后由主编通读定稿。

本书编写过程中得到参编的11所院校的院、校领导和有关教师的关心和支持,并得到北京市高等教育精品教材重点项目出版资助,北京农学院高等教育研究会为此书的出版做了大量有益的工作,高等教育出版社化学编辑室岳延陆老师为此书的编写提供了许多指导性建议,在此一并表示衷心的感谢。

编 者
2003年6月

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识	1	实验十六 阿贝折射仪测定乙醇的 纯度	74
一、有机化学实验室规则	1	实验十七 旋光度的测定	77
二、有机化学实验室的安全知识	1	第三部分 有机化合物的制备	80
三、常用玻璃仪器简介	4	实验十八 1-溴丁烷的制备	80
四、其他常用仪器设备简介	14	实验十九 乙酸乙酯的制备	83
五、实验预习和实验报告	18	实验二十 苯乙酮的制备	86
第二部分 基本操作	21	实验二十一 乙酸丁酯的制备	89
液态有机物的分离和提纯	21	实验二十二 4-氯苯氧乙酸的制备	90
实验一 蒸馏	21	实验二十三 乙酸异戊酯的制备	92
实验二 分馏	25	实验二十四 己二酸的制备	93
实验三 水蒸气蒸馏	28	实验二十五 乙酰苯胺的制备	95
实验四 减压蒸馏	32	实验二十六 苯甲酸的制备	97
固态有机物的分离和提纯	36	实验二十七 乙酰水杨酸的制备	99
实验五 重结晶及热过滤	36	第四部分 天然有机化合物的提取	102
实验六 升华	41	实验二十八 茶叶中咖啡因的提取及 其性质	102
实验七 萃取	43	实验二十九 烟草中烟碱的提取和烟 碱的性质	104
实验八 熔点的测定	47	实验三十 从胡椒中提取胡椒碱	106
实验九 沸点的测定	52	实验三十一 油料作物中粗脂肪的 提取和油脂的性质	107
色谱法	54	实验三十二 从胆汁中提取胆红素	109
实验十 柱色谱分离植物色素	54	实验三十三 从槐花米中提取芦丁	111
实验十一 纸色谱法鉴定氨基酸	58	实验三十四 从果皮中提取果胶	113
实验十二 薄层色谱法分离偶氮 染料	59	第五部分 有机化合物的基本性质	115
实验十三 气相色谱法分析苯与 甲苯	61	实验三十五 桉树叶中桉叶油的提取 (水蒸气蒸馏)	115
实验十四 反相离子对高效液相色 谱仪定性分析硝基酚类 化合物	65	实验三十六 元素的定性分析	117
实验十五 紫外-可见光谱和红外 光谱	67	实验三十七 烃的性质	120

实验三十八 卤代烃的性质	123	二、小量-半微量实验举例	159
实验三十九 醇、酚的性质	125	第八部分 附录	160
实验四十 醛、酮的性质	128	一、常见元素的相对原子质量表	160
实验四十一 羧酸及其衍生物的性质	131	二、试剂的配制	160
实验四十二 胺和酰胺的性质	135	三、乙醇溶液的相对密度及浓度组成表	163
实验四十三 糖类的性质	138	四、常用酸、碱溶液的相对密度和质量浓度	163
实验四十四 氨基酸、蛋白质的性质	142	五、常用酸、碱溶液的配制	165
第六部分 有机化合物官能团的鉴定	146	六、常用洗涤剂的配制	165
一、双键的鉴定	146	七、指示剂的配制	166
二、卤代烃的鉴定	146	八、常用试纸的制备	166
三、醇的鉴定	147	九、常见的共沸混合物	167
四、酚的鉴定	147	十、常见发色团的特征吸收峰	167
五、醚的鉴定	148	十一、红外光谱中的一些特征吸收频率	168
六、羰基化合物的鉴定	148	十二、常用有机溶剂的物理常数	169
七、羧酸及其衍生物、取代羧酸的鉴定	149	十三、关于有毒化学药品的知识	170
八、胺的鉴定	149	十四、有机物质的干燥剂	174
九、碳水化合物化合物的鉴定	150	十五、部分实验术语中英文词汇	175
十、氨基酸、蛋白质的鉴定	151	主要参考文献	177
第七部分 微型与小型实验简介	152		
一、微型实验举例	155		

第一部分

有机化学实验的一般知识

一、有机化学实验室规则

有机化学是一门实验性很强的学科,实验在有机化学的学习中占有重要的地位,因此必须认真做好每一个实验。为保证实验的正常进行、养成良好的实验习惯及培养严谨的科学态度,要求学生必须遵守下列规则:

(1) 实验前必须认真预习有关的实验内容,做好预习笔记。通过预习,要明确实验的目的和要求,了解实验的基本原理、步骤和操作技术,熟悉实验所需的药品、仪器和装置,重视实验中的注意事项。

(2) 进入实验室后,必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不要大声喧哗、不乱拿乱放、不将公物带出实验室,借用公物要自觉归还,损坏东西要如实登记,出了问题要及时报告。

(3) 实验操作要严格按照操作规程进行。仔细观察,积极思考,及时准确、实事求是地做好实验记录。

(4) 听从教师和实验室工作人员的指导,若有疑难问题或发生意外事故必须立即报告教师,以得到及时解决和处理。

(5) 实验中应始终保持实验室的卫生。做到桌面、地面、水槽和仪器“四净”。

(6) 严格控制药品的规格和用量,节约用水、用电。

(7) 实验完毕,必须及时做好整理工作。清洗仪器并放到指定位置、处理废物、检查安全、做好记录并交给教师。待教师签字后方可离开实验室。

(8) 每次做完实验,必须认真写出实验报告。

二、有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中,经常使用易燃试剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、乙炔和苦味酸等),有毒试剂(如苯肼、硝基苯及氰化物等),有腐蚀性的试剂(如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、溴和烧碱等)。而且仪器多为玻璃制品。若使用不当或不加小心,很可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒等事故。为了防止意外事故的发生,使实验顺利进行,因此要求学生除了严格按规程操作外,还必须熟悉各种仪器、药品的性能和一般事故的处理等实验室安全知识。

(一) 实验时注意的事项

(1) 实验开始前,应认真进行预习,掌握实验操作;仔细检查仪器是否完整,仪器装置是否安

装正确、平稳。

(2) 熟悉实验室内水、电、煤气的开关,了解试剂和仪器的性能。

(3) 实验中所用的药品,不得随意散失、遗弃,使用后必须放回原处。对反应中产生的有毒气体、实验中产生的废液,应按规定处理。

(4) 实验过程中不得擅自离岗位,实验室内严禁吸烟、饮食。

(5) 熟悉使用各种安全用具(如灭火器、沙桶和急救箱等)。

(6) 实验进行中,要认真观察、思考,如实记录实验情况。

(7) 进行有危险性的实验时应佩戴防护眼镜、面罩和手套等防护用具。

(二) 事故的预防和处理

1. 火灾

为避免发生火灾,必须注意以下几点:

(1) 对易挥发和易燃物,切勿乱倒,应专门回收处理。

(2) 处理易燃试剂时,应远离火源,不能用烧杯等广口容器盛易燃溶剂,更不能用火直接加热。

(3) 实验室不得贮放大量易燃物。

(4) 仔细检查实验装置、煤气管道是否破损漏气。

实验室如果发生着火事故,应沉着镇静及时采取措施。首先,应立即关闭煤气,切断电源,熄灭附近所有火源,迅速移开周围易燃物质,再用砂或石棉布将火盖熄。一般情况下严禁用水灭火。衣服着火时,应立即用石棉布或厚外衣盖熄,火势较大时,应卧地打滚。

除干砂、石棉常备物品外,还常用灭火器灭火。实验室常备如下三种灭火器:

(1) 二氧化碳灭火器 它常用于扑灭油脂、电器及其他贵重物品着火。

(2) 四氯化碳灭火器 它常用于扑灭电器内或电器附近着火。但在使用四氯化碳灭火器时要注意,因四氯化碳高温时能生成剧毒的光气,且与金属钠接触会发生爆炸,故不能在狭小和通风不良的实验室中使用。

(3) 泡沫灭火器 内装含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液。使用时,有液体伴随大量的二氧化碳泡沫喷出,因泡沫能导电,注意不能用于电器灭火。

不论使用何种方法灭火,都应从火的四周开始向中心灭火。

2. 爆炸

实验中,由于违章使用易燃易爆物,或仪器堵塞、安装不当及化学反应剧烈等均能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生,应严格注意以下几点:

(1) 某些化合物如过氧化物、干燥的金属炔化物等,受热或剧烈振动易发生爆炸。使用时必须严格按操作规程进行。

(2) 如果仪器装置安装不正确,也会引起爆炸。因此,常压操作时,安装仪器的全套装置必须与大气相通,不能造成密闭体系。减压或加压操作时,注意仪器装置能否承受其压力,装置完毕后,应做空白实验,实验中应随时注意体系压力的变化。

(3) 若遇反应过于剧烈,致使某些化合物因受热分解,体系热量和气体体积突增而发生爆炸,通常可用冷冻、控制加料等措施缓和反应。

3. 中毒

化学药品大多有毒,因此实验中要注意以下几点,以防止中毒:

(1) 剧毒药品绝对不能用手直接接触。使用完毕后,应立即洗手,并将该药品严密封存。

(2) 进行可能产生有毒或腐蚀性气体的实验时,应在通风橱内操作,也可用气体吸收装置吸收有毒气体。

(3) 所有沾染过有毒物质的器皿,实验完毕后,要立即进行消毒处理和清洗。

此外,装配玻璃仪器时,注意不要用力过猛;所有玻璃断面应烧熔,消除棱角,防止割伤。应避免皮肤直接接触高温和腐蚀性物质,以免灼伤。

(三) 急救常识

1. 玻璃割伤

若玻璃割伤为轻伤,应立即挤出污血,用消毒过的镊子取出玻璃碎片,再用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红药水,最后用绷带包扎。伤口如果较大,应立即用绷带扎紧伤口上部,以防止大量出血,急送医院治疗。

2. 火伤

若火伤为轻伤,应在伤处涂玉树油或蓝油烃油膏;重伤者,立即送医院治疗。

3. 灼伤

灼伤后应立即用大量水冲洗患处,再根据具体情况,选用下列方法处理后,立即送往医院。

(1) 酸、碱液或溴入眼中 立即先用大量水冲洗;若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,再用1%硼酸溶液冲洗;对于溴,则用1%碳酸氢钠溶液冲洗;最后再用水冲洗。

若玻璃碎片入眼中,应用清水冲洗,切勿用手揉擦。

(2) 皮肤被酸、碱或溴液灼伤 立即先用大量水冲洗;若为酸液,再用3%~5%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,再用1%醋酸洗。最后均用水洗,涂上烫伤油膏。若为溴液,用石油醚或酒精擦洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后涂上甘油按摩。

4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性,如果不小心皮肤或呼吸道接触到有毒药品,造成中毒;则解毒方法要视具体情况而定。

(1) 腐蚀性毒物 不论强酸或强碱,先饮用大量的温开水。对酸,再服氢氧化铝胶、鸡蛋白;对碱,则服用醋、酸果汁或鸡蛋白。不论酸或碱中毒,都要灌注牛奶,不要服用呕吐剂。

(2) 刺激性及神经性毒物 可先服牛奶或鸡蛋白使之缓解,再用约30 g 硫酸镁溶于一杯水中,服用催吐。也可用手按压舌根促使呕吐,随即送医院。

(3) 有毒气体 先将中毒者移到室外,解开衣领和纽扣。对吸入少量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

5. 急救药箱

为了及时处理事故,实验室中应备有急救药箱。箱内置有下列物品:

(1) 绷带、白纱布、止血膏、医用镊子、药棉、剪刀和橡皮管等。

(2) 医用凡士林、玉树油或蓝油烃油膏、獾油、碘酒、紫药水、酒精、磺胺药物和甘油等。

(3) 1%及3%~5%碳酸氢钠溶液、2%硫代硫酸钠溶液、1%醋酸溶液、1%硼酸溶液和硫酸镁等。

三、常用玻璃仪器简介

使用玻璃仪器时,要轻拿轻放。除试管、烧杯和各种烧瓶外,都不能用火直接加热;注意:厚壁器皿(如抽滤瓶)均不能加热;锥形瓶不能用于减压系统;有刻度的计量容器(如量筒)不能高温烘烤;带旋塞的玻璃仪器用过洗净后,应在旋塞与磨口之间垫上纸片,以防粘着;温度计不得用于测量超过温度计刻度范围的温度,也不得作为搅拌棒使用,使用后应缓缓冷却,切勿立即用冷水冲洗,以免炸裂。

标准磨口仪器是带有标准内磨口及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严密连接。标准磨口是根据国际通用的技术标准制造的,国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口,磨口部分的锥度为 1:10,即轴向长度 $H=10\text{ mm}$,锥体大端的直径与小端直径之差 $D-d=1\text{ mm}$ 。

由于玻璃仪器容量及用途不同,标准磨口的大小也有不同。通常以整数数字表示磨口的系列编号,这个数字是锥体大端直径(以毫米表示)的最接近的整数。下面是常用的标准磨口系列:

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

有时也用 D/H 两个数字表示磨口的规格,如 14/23,即大端直径为 14 mm,锥体长度为 23 mm。

(一) 常见玻璃仪器

1. 普通玻璃仪器(见图 1-1)

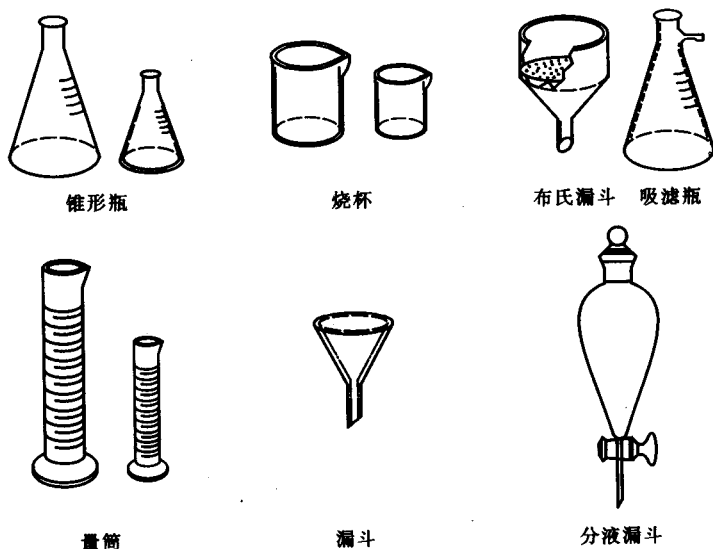


图 1-1 常见普通玻璃仪器

由于磨口仪器具有一定的标准,因此使用磨口仪器时必须注意以下几点:

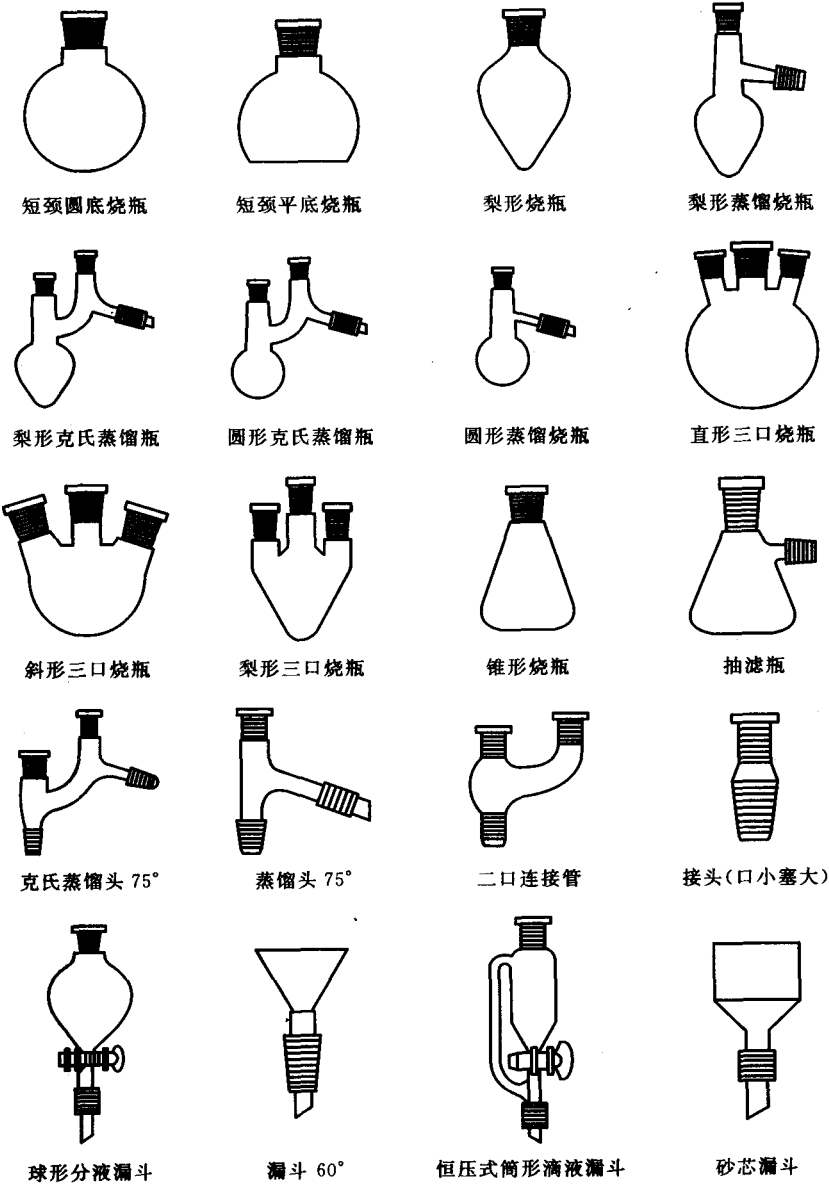
(1) 磨口处须洁净,不得粘有固体杂物,否则,对接不紧密,甚至损坏磨口。

(2) 用后立即拆卸洗净,各部件须分开存放。洗涤磨口时,可用合成洗衣粉或洗涤剂洗刷,避免用去污粉等擦洗,以免损坏磨口。带旋塞或塞子的磨口玻璃仪器,旋塞或塞子不能随意调换,应垫上纸片存放。

(3) 常压下使用,无需涂润滑油,以免沾污反应物或产物。但反应中有强碱时,应涂润滑剂,以免磨口连接处受碱腐蚀粘牢。减压操作时,磨口全部表面应涂上一层薄薄的润滑脂。

(4) 安装时,仪器装置要整齐、正确,使磨口连接处受力均匀,以免折断仪器。

2. 标准磨口仪器(见图 1-2)



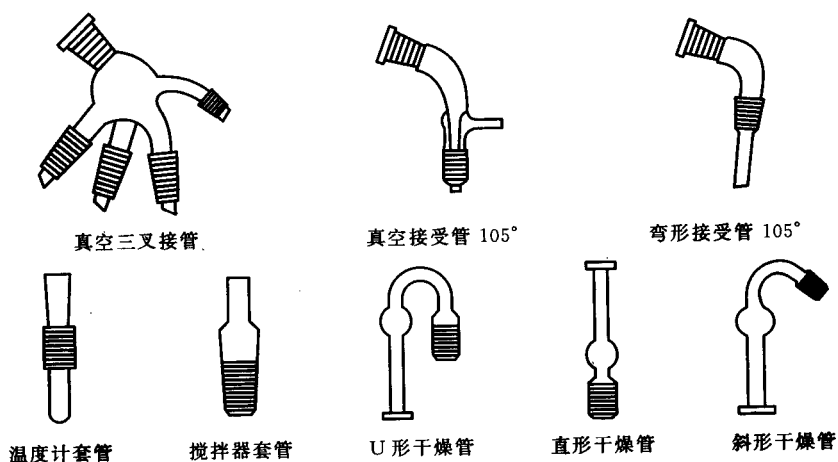
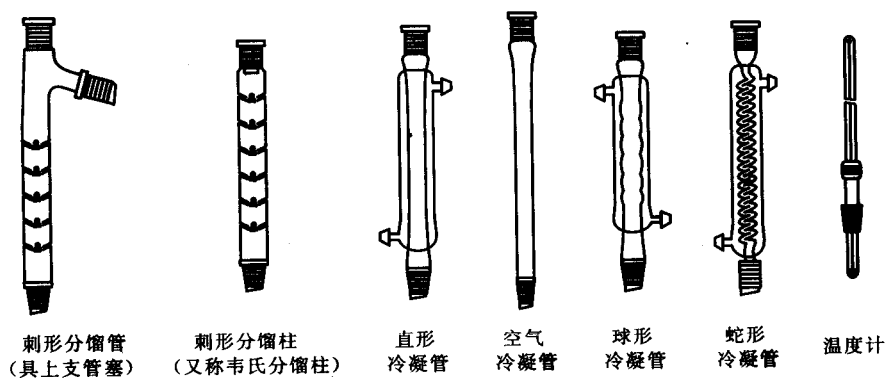


图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器

3. 微型仪器(见图 1-3)



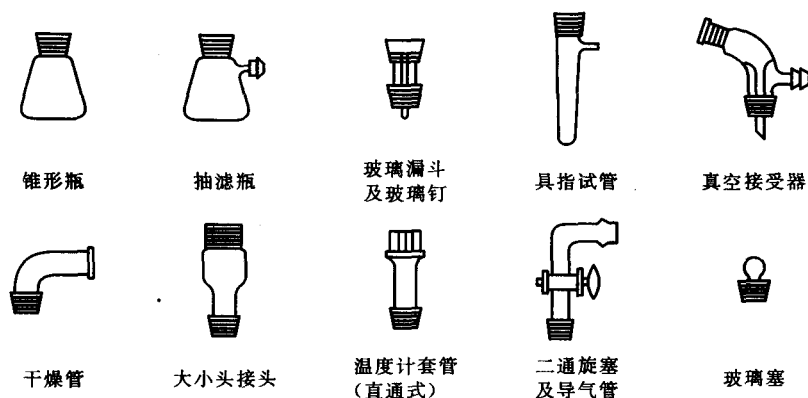


图 1-3 国产微型化学制备仪器示意图

(二) 玻璃仪器的清洗

1. 仪器的清洗

实验中所用仪器必须保持洁净,实验台面放置的仪器、用具必须整齐。实验者应养成实验完毕后立即洗净仪器的习惯,因为当时对残渣的成因和性质是清楚的,容易找出合适的处理方法。如酸性或碱性残渣,分别可用碱液或酸液处理。

最简单的清洗方法是用水刷和去污粉或合成洗衣粉洗刷,再用清水冲洗。对于金属氧化物和碳酸盐,可用盐酸洗;银镜和铜镜可用硝酸洗;对一些焦油和炭化残渣,若用强酸或强碱洗不掉,可采用铬酸洗液(洗液的配制见附录六,铬酸洗液呈红棕色,经长期使用变绿色时,即告失效。使用铬酸洗液时应避免被水稀释。)浸洗。有时也可用废有机溶剂清洗。

一般实验中所用仪器洗净的标志是:仪器倒置时,器壁不挂水珠。

2. 仪器的干燥

(1) 晾干 洗净的仪器,在规定的地方倒置放置一段时间,任其自然风干。这是最常用的干燥方法。

(2) 烘干 一般用电烘箱。洗净的仪器,倒尽其中的水,放入烘箱。箱内温度保持在 $100\sim 120^{\circ}\text{C}$ 左右。烘干后,停止加热,待冷至室温取出即可。分液漏斗和滴液漏斗,要拔出旋塞或盖子后,才可加热烘干。

(3) 吹干 对冷凝管和蒸馏瓶等,可用电吹风将仪器吹干。

(4) 用有机溶剂干燥 对小体积且急需干燥的仪器可用此法。将仪器洗净后,先用少量酒精或丙酮漂洗,然后再用电吹风吹干。用过的溶剂应倒入回收瓶。

(三) 塞子的配置与玻璃加工

在有机化学实验中,经常使用塞子和对玻璃管进行加工。这也是有机化学实验工作者必须具备的基本知识和技能。

1. 塞子的配置

(1) 塞子的选择 有机化学实验室常用橡皮塞或软木塞来封闭瓶口和连接普通玻璃仪器的各部件,瓶塞选配得当与否,对仪器的安装和实验能否顺利进行有很大的关系。选用软木塞,其表面不要有裂纹和深洞。在钻孔或使用之前,要用软木塞滚压器(图 1-4)把塞子慢慢压紧压软。这样可使软木塞内部结构均匀密集,防止钻孔时塞子破裂或使用时吸收过多液体。软木塞滚压

器也可用两块木板代替。经过滚压,塞子大小应与仪器的口径相适应,塞子进入仪器口径的部分以塞子本身长度的 $\frac{1}{2} \sim \frac{2}{3}$ 为宜(图1-5)。

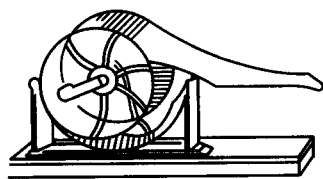


图 1-4 软木塞滚压器

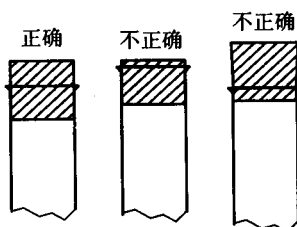


图 1-5 塞子的配置

(2) 塞子的保护 为了使塞子紧密、耐久和增强耐腐蚀性能,可采用下面两种方法将塞子进行处理。

① 将软木塞先在 3 份皮胶、5 份甘油和 100 份水的溶液中浸泡 15~20 min,溶液的温度应保持在 50℃。取出干燥后,再用 25 份凡士林和 75 份石蜡的熔融混合物浸泡几分钟。

② 将橡皮塞放在温度为 100℃的熔化石蜡中浸泡 1 min。若用来通有腐蚀性气体(如氯气)的橡皮管也应这样处理。

(3) 塞子的钻孔和装配 在装配仪器时,常需在塞子中插入温度计或其他玻璃管,这就需要在塞子上钻孔。钻孔的大小应保证使温度计或管子能够插入,并且又不会漏气。软木塞钻孔时,打孔器的外径应略小于所装管子的口径。钻孔时,打孔器要垂直均匀地从塞子的小端旋转钻入(图1-6),避免把孔眼打斜。当钻至塞子的 $\frac{1}{2}$ 时,旋出打孔器,捅出其中的塞芯,再从塞子的大端对准原钻孔位置把孔钻透。若用钻孔机,要把钻头对准塞子小端的适当位置,摇动手轮,直至钻透为止,然后再反向转动,退出钻头。在给橡皮塞钻孔时,钻孔器应刚好能套在要插入橡皮塞管子外面。打孔器的前部最好敷以凡士林,使之润滑便于钻入。必要时,塞孔还可以用圆锉进行修整或稍稍扩大。

将温度计或玻璃管插入塞孔时,可先用水或甘油润滑玻璃管插入的一端,然后一手持塞子,一手捏着玻璃管靠近塞子的部位(必要时也可戴手套或用布包着玻璃管),逐渐旋转插入(图1-7)。如果手捏玻璃管的位置离塞子太远,操作时往往会折断玻璃管而伤手;更不能捏在弯处,该处更易折断。从塞孔拔出玻璃管时,应遵循同样原则。

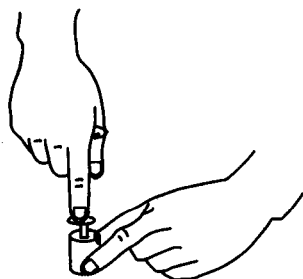


图 1-6 橡皮塞的钻孔

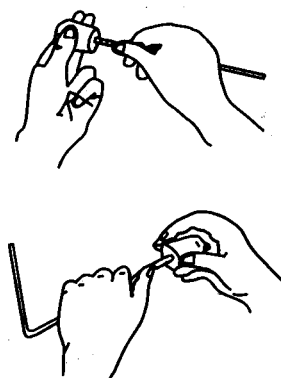


图 1-7 温度计或玻璃管配塞的操作