

高 等 学 校 教 材

# 有机化学实验

周嘉玲 主编



广东高等教育出版社

51

062-33

274b

# 有机化学实验

周嘉玲 主编

广东高等教育出版社

·广州·

## 内 容 提 要

本书内容分为四部分：第一部分为有机化学实验的一般知识；第二部分为有机化学实验的基本操作；第三部分为有机化合物的制备；第四部分为有机化合物的性质实验。本书可供高等专科学校及普通本科的化学、化工专业（包括轻化、应化等专业）使用，也可供高等职业院校相关专业使用，并可供相关专业的技术人员等参考使用。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/周嘉玲主编. —广州：广东高等教育出版社，1999.9

ISBN 7-5361-2279-9

I. 有… II. 周… 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 (1999) 第 40425 号

广东高等教育出版社出版发行

地址：广州市广州大道北广州体育学院内 20 栋

邮政编码：510075 电话：87552765

广东省茂名广发印刷有限公司印刷

787×1 092 1/16 6.875 印张 167 千字

1999 年 9 月第 1 版 2002 年 10 月第 2 次印刷

印数：3 001~5 000 册

定价：10.00 元

## 前 言

多年来,在专科层次的化学、化工专业(包括轻化、应化等专业)中,有机化学实验教材均采用理科或工科本科层次的教材。由于在培养目标、教学要求、教学学时以及学生的基础等方面,大专与本科有着较大的差异,因而各院校的师生希望有一本适合大专层次的教材。在广东省高教厅的支持及省内多所大专院校的共同协作下,我们编写了这本《有机化学实验》。

针对专科的特点,我们在这本书中共选入 33 个实验,约需 130 学时。全书约 16 万字,既适合高等专科及普通本科的化学、化工专业(含轻化、应化等专业)使用,也适合高等职业院校相关专业使用。

本教材内容包括四个部分:第一部分为有机化学实验的一般知识;第二部分为有机化学实验的基本操作和实验技术;第三部分为有机化合物的制备;第四部分为有机化合物的性质实验。最后为附录。

本书中的每个实验,除了清楚地写明实验目的、实验原理、实验步骤外,还列出所需药品的名称、用量,并附有实验装置图、注释及思考题(包括一些试剂的配制方法)。在附录中,我们增加了“关于毒性危险性化学药品的知识”及“有机化合物的物理性质”等内容。

本教材由韶关大学的赖光灿、佛山科技学院的陈纯馨、惠州大学的方振逵、西江大学的李红缨、东莞理工学院的宁满霞、广东石油化工高等专科学校的刘晓彤、中山学院的于彤和周嘉玲联合编写,由周嘉玲主编。

本书承蒙曾汉维教授审阅,提出宝贵意见,谨此致谢。

编 者

1999 年 4 月

# 目 录

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| <b>第一部分 有机化学实验的一般知识</b> ..... | 1  |
| 一、有机化学实验室规则.....              | 1  |
| 二、有机化学实验室的安全知识.....           | 1  |
| 三、有机化学实验常用的仪器.....            | 4  |
| 四、实验预习、实验记录和实验报告的基本要求.....    | 6  |
| <b>第二部分 基本操作和实验技术</b> .....   | 8  |
| 实验 2.1 塞子的钻孔和简单玻璃工操作 .....    | 8  |
| 实验 2.2 熔点的测定 .....            | 11 |
| 实验 2.3 蒸馏和沸点的测定 .....         | 14 |
| 实验 2.4 分馏 .....               | 17 |
| 实验 2.5 水蒸气蒸馏 .....            | 20 |
| 实验 2.6 萃取 .....               | 23 |
| 实验 2.7 液态有机化合物折射率的测定 .....    | 26 |
| 实验 2.8 重结晶 .....              | 28 |
| 实验 2.9 升华 .....               | 33 |
| <b>第三部分 有机化合物的制备</b> .....    | 35 |
| 实验 3.1 环己烯的制备 .....           | 35 |
| 实验 3.2 正溴丁烷的制备 .....          | 36 |
| 实验 3.3 正丁醚的制备 .....           | 38 |
| 实验 3.4 环己酮的制备 .....           | 40 |
| 实验 3.5 苯乙酮的制备 .....           | 41 |
| 实验 3.6 己二酸的制备 .....           | 43 |
| 实验 3.7 肉桂酸的制备 .....           | 45 |
| 实验 3.8 乙酸乙酯的制备 .....          | 46 |
| 实验 3.9 乙酸异戊酯的制备 .....         | 48 |
| 实验 3.10 丁二酸酐的制备 .....         | 49 |
| 实验 3.11 乙酰苯胺的制备 .....         | 50 |
| 实验 3.12 生物碱的制备 .....          | 51 |
| 实验 3.13 苯甲醇和苯甲酸的制备 .....      | 53 |
| 实验 3.14 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备 .....    | 54 |

|                             |            |
|-----------------------------|------------|
| 实验 3.15 甲基橙的制备 .....        | 56         |
| 实验 3.16 乙酰水杨酸的制备 .....      | 58         |
| <b>第四部分 有机化合物性质实验 .....</b> | <b>60</b>  |
| 实验 4.1 有机化合物元素定性分析 .....    | 60         |
| 实验 4.2 烷烃、烯烃、炔烃的性质 .....    | 62         |
| 实验 4.3 芳烃的性质 .....          | 64         |
| 实验 4.4 醇和酚的性质 .....         | 66         |
| 实验 4.5 醛和酮的性质 .....         | 69         |
| 实验 4.6 羧酸及其衍生物的性质 .....     | 70         |
| 实验 4.7 糖类物质的性质 .....        | 73         |
| 实验 4.8 氨基酸和蛋白质的性质 .....     | 76         |
| <b>附录 .....</b>             | <b>80</b>  |
| 附录 1 常用元素的相对原子质量 .....      | 80         |
| 附录 2 常用酸、碱溶液的密度及质量分数 .....  | 80         |
| 附录 3 常用有机溶剂的沸点、密度 .....     | 84         |
| 附录 4 水的蒸气压 .....            | 85         |
| 附录 5 部分共沸混合物 .....          | 85         |
| 附录 6 常用酸、碱溶液的配制 .....       | 87         |
| 附录 7 常见化学物质的毒性和易燃性 .....    | 87         |
| 附录 8 关于毒性危险性化学药品的知识 .....   | 91         |
| 附录 9 有机化合物的物理性质 .....       | 94         |
| <b>参考文献 .....</b>           | <b>104</b> |

# 第一部分 有机化学实验的一般知识

有机化学是一门以实验为基础的科学，因此有机化学实验是化学专业及化工类专业一门必修的基础课程，学好这门课对培养学生的独立工作能力、实验操作技能有着重要的作用。为保证实验的正常进行，养成良好的实验习惯和工作作风，并保证实验室的安全，首先要求学生了解有机化学实验的一般知识。

## 一、有机化学实验室规则

(1) 实验前必须认真预习有关实验的内容，领会实验的目的、要求及基本原理，弄清实验的步骤和注意事项，了解实验所需的仪器和药品的名称、规格、用量及实验的装置。

(2) 严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。

(3) 实验时要保持安静，遵守纪律，精神集中，认真操作，细心观察，积极思考，忠实记录。中途不得擅自离开实验室。

(4) 未经老师同意，不得私自更改实验操作步骤和试剂用量。

(5) 保持实验室整洁，污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、玻璃碎片、用过的沸石等一律要放进废物桶，不能乱丢，更不能丢入水槽。废酸废碱必须倒入指定的容器中。

(6) 爱护仪器和公物，节约用水和药品，损坏仪器要办理登记换领手续。

(7) 实验完毕，要洗净用过的仪器，清洁实验台，让老师检查实验结果，经老师同意方能离开。

(8) 值日生应认真负责，打扫地板，整理公共台上的药品，清洗水盆，关好水、电、门窗。

## 二、有机化学实验室的安全知识

由于有机化学实验所用的药品多数有毒、易燃、有腐蚀性或爆炸性，仪器又多是玻璃制品，若疏忽大意，就容易出事故，如割伤、烧伤、失火、中毒、爆炸等，因此，实验时必须严格遵守操作规程，遵守实验室安全守则。

### (一) 实验室的安全守则

(1) 实验前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥，经指导教师检查后方可进行实验。

(2) 实验进行时，不得离开岗位，要经常密切注意反应进行的情况和装置有无漏

气、破裂等现象。

(3) 使用易燃易爆药品时应远离火源。严禁在实验室抽烟和饮食。实验结束后应洗手。

(4) 熟悉灭火器材的放置地点和使用方法。

## (二) 实验室事故的预防

### 1. 火灾的预防

(1) 操作易燃溶剂时要远离火源。

(2) 不能用广口仪器如烧杯类盛放易燃物体直接加热。

(3) 附近有人使用或有露置的易燃溶剂时切勿点火。

(4) 蒸馏易燃有机物时，装置不能漏气。若发现漏气，应立即停止加热，检查原因。

(5) 蒸馏或回流易燃液体时，必须用水浴加热。蒸馏乙醚时不能有明火，同时必须将接受瓶出来的尾气用橡皮管导入下水道。

(6) 蒸馏前必须加入数粒沸石以防暴沸。若加热后才发觉未加沸石，则应停止加热，待被蒸馏的液体冷却后才能补加，切不可在加热过程中揭开瓶塞补加。

(7) 点燃或带有火星的火柴梗或纸条不得乱抛乱扔，也不得丢入废物缸中。

(8) 酒精灯中的酒精不能装得太满；酒精灯若有缺口或裂痕时不能使用。

### 2. 爆炸的预防

(1) 用常规仪器进行蒸馏或回流时系统应与大气相通，不能形成密闭体系。减压蒸馏时要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器，不可用三角烧瓶。

(2) 蒸馏乙醚时，必须检查是否有过氧化物存在；若有，应该用硫酸亚铁除去，同时蒸馏时不要蒸干。

(3) 易爆炸的固体如快化银、三硝基甲苯、苦味酸金属盐等不能重压或撞击，这些危险品的残渣应按规定的方法小心销毁，不能乱扔。

(4) 未反应完的金属钠，应该用酒精处理，不能直接扔进花盆或废物桶。

(5) 乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混时遇火很容易引起爆炸，故使用这类溶剂时不能有火源。

### 3. 中毒的预防

(1) 使用剧毒物质时要戴胶手套，操作后要立即洗手。

(2) 打破水银温度计时，应细心把散落在台上或地上的水银珠用吸球吸起，然后用稀硝酸处理。带有水银的断了的温度计不能乱扔，应由实验室人员统一处理。

(3) 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，实验后要洗手。

## (三) 事故的处理

### 1. 火灾的处理

实验过程中一旦不小心失火，一定要镇定沉着，大家有秩序地参加灭火。可先移去

火源，并熄灭其他火源，搬开易燃物质，切断电源。若火势较小，可用湿布把着火仪器包裹起来；若在小器皿内着火，可用石棉网或瓷片罩住，使之隔绝空气而灭火，绝不能用口吹。

如果油类着火，应该用砂子或灭火器灭火。

如果电器着火，应先切断电源，然后用二氧化碳灭火器或 1211 灭火器灭火<sup>①</sup>。

如果衣服着火，切勿奔跑，应立即在地上打滚，旁人迅速找毛毡或麻包布一类东西覆盖在他身上，使火隔绝空气而熄灭。或者赶快把着火衣服脱下用水淋熄。

使用灭火器时，应从火的周围开始向中心扑灭，把灭火器的喷出口对准火焰的根部。

## 2. 药物灼伤的处理

在实验操作中，如果不小心或不遵照操作规程，就很容易被药物灼伤，如酸灼伤、碱灼伤、溴灼伤等。无论被哪一种药物灼伤，无论溅到眼睛还是皮肤，首先都应赶快用水冲洗，然后再根据不同药物作具体处理。

如酸液溅到眼睛，先用大量水冲洗后，再用 1% 碳酸氢钠溶液冲洗，最后再用水冲洗。

如酸液溅到皮肤，用水冲洗后再用 5% 碳酸氢钠溶液浸洗，最后再水洗并涂上油膏。

如碱液溅到眼睛，先用水冲洗，再用 1% 硼酸溶液冲洗，最后再用水洗。

如碱液溅到皮肤，水洗后用饱和硼酸溶液或 1% 醋酸溶液浸洗，再水洗并涂上油膏。

如溴蒸气熏到眼睛，可把眼睛对着盛有酒精的瓶口注视片刻。如溴液溅入眼睛，按酸液溅入眼中事故急救处理后，立即送医务室或医院治疗。

如溴液溅到皮肤，用水冲洗后，伤处用石油醚冲洗，再用 2% 硫代硫酸钠溶液冲洗，然后涂上甘油并敷上油膏。

以上方法仅为紧急处理措施，若伤势较重，特别是眼睛受伤，在处理完后仍应迅速到医院诊治。

## 3. 玻璃割伤的处理

玻璃割伤是实验室比较常见的事故，若伤势较轻，则及时挤出污血。如伤口处有玻璃碎粒，可用消毒过的镊子把玻璃碎粒取出，然后用双氧水或硼酸水洗净伤口，再涂上碘酒或红汞。若伤口大，出血多，则应立即用绷带扎紧伤口上部，使伤口停止出血，并急送医务室处理。

## (四) 急救用具

为了预防万一，实验室必须常备如下一些急救用品。

---

<sup>①</sup> 二氧化碳灭火器是一种常用的实验室灭火器，钢筒内装压缩二氧化碳。使用时一手提灭火器，一手握住喷射二氧化碳的喇叭把手，打开灭火器开关后把喷射出的二氧化碳气流对准火头，火焰由于低温和缺氧而熄灭。这种灭火器可用于扑灭由有机物及电器设备引起的火灾。

1211 灭火器是一种新型的高效灭火器材，内装二氟一氯一溴甲烷。它灭火效能高，毒性低，绝缘性好，对金属无腐蚀作用，久贮不变质。适用于扑灭由易燃液体、气体、固体和电器引起的火灾。

消防器材：灭火器、砂、麻包布、毛毡等。

急救药箱：内置有红汞、碘酒、双氧水、1%硼酸溶液、1%醋酸溶液、1%和5%的碳酸氢钠溶液、万花油、烫伤油膏、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子等物品。

### 三、有机化学实验常用的仪器

有机化学实验仪器有普通玻璃仪器和标准接口玻璃仪器。图 1.1 为常用的普通玻璃仪器，图 1.2 为标准接口玻璃仪器。

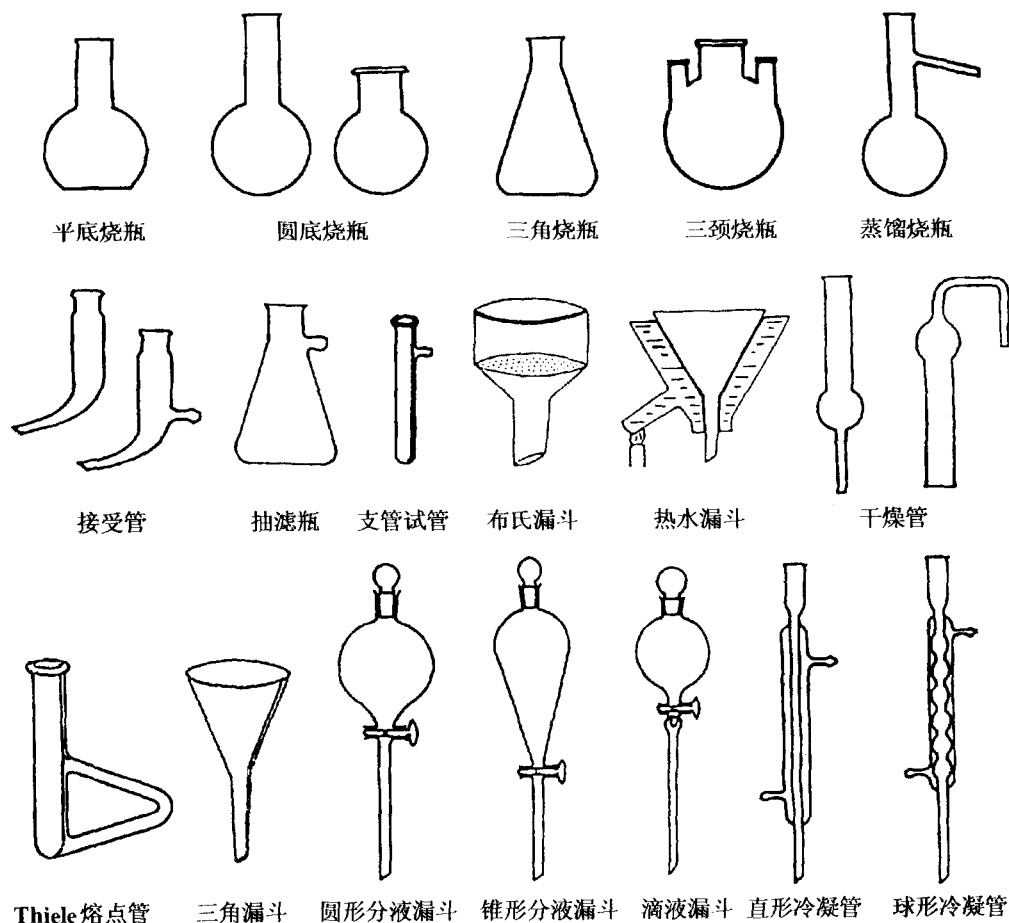


图 1.1 有机化学实验用普通玻璃仪器

标准接口玻璃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互相紧密连接。各部件能组装成各种配套的仪器，不同规格的部件无法直接组装时，可使用变径接头使之连起来。使用标准接口玻璃仪器既可免去选配塞子及钻孔等麻烦手续，又可避免反应物或产物被软木塞（或橡皮塞）所玷污。磨砂接口密合性能良

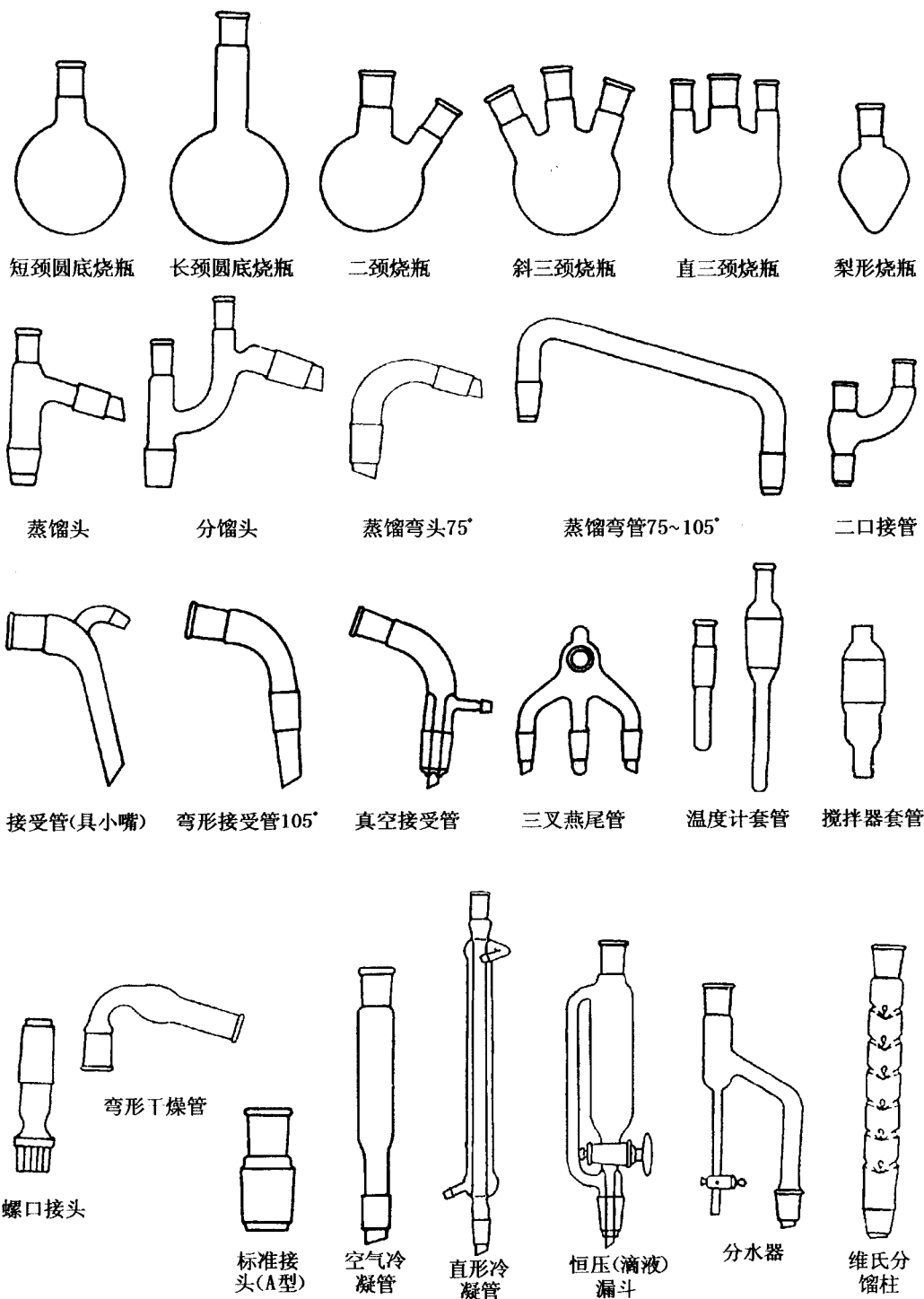


图 1.2 有机化学实验制备用的标准接口玻璃仪器

好，对蒸馏尤其减压蒸馏非常有利，对于毒性或挥发性液体的实验较为安全。

标准接口玻璃仪器是按国际通用的技术标准制造的，常用的规格有 10, 12, 14, 16, 19, 24, 29, 34 等。这些数字是与锥形标准磨口大端直径（以 mm 表示）最接近的整数。表 1.1 是标准接口玻璃仪器的编号与大端直径。

表 1.1 标准接口玻璃仪器的规格

| 编 号     | 10 | 12   | 14   | 16 | 19   | 24 | 29   | 34   |
|---------|----|------|------|----|------|----|------|------|
| 大端直径/mm | 10 | 12.5 | 14.5 | 16 | 18.8 | 24 | 29.2 | 34.5 |

有的标准接口玻璃仪器上标有两个数字，如“10/30”，“10”表示磨口大端的直径为10 mm，“30”表示磨口的高度为30 mm。

使用标准接口玻璃仪器应注意以下事项：

- (1) 必须保持磨口清洁，特别不能沾有固体杂质，否则磨口不能紧密连接。
  - (2) 使用前在磨砂口塞表面涂以少量凡士林或真空脂，以增强磨砂接口的密合性，避免磨面的相互磨损，也便于接口的装拆。
  - (3) 使用后应立即拆卸洗净，否则磨口的连接处会发生粘结，难于拆开。
  - (4) 不宜用磨口仪器长期存放盐类或碱类溶液，因它们蒸发后析出的固体物质易使磨口粘结。需要用磨口仪器处理盐类或碱类溶液时，应在磨口处涂上一层润滑脂（凡士林、真空油脂或硅脂）。
  - (5) 一旦发生磨口粘结，可采取以下措施：
    - 1) 将磨口竖立，往上面缝隙滴几滴甘油，待甘油慢慢渗入磨口，最终可使连接处松开。
    - 2) 用热风对着磨口外部吹一会儿（仅使外部受热膨胀，内部还未热起来），再试试能否将磨口打开。
    - 3) 将粘结的磨口仪器放在水中逐渐煮沸，常常也能使磨口打开。
- 如果磨口表面已被碱性物质腐蚀，由于产生硅酸钠一类胶粘物质，粘接的磨口就很难打开了。

## 四、实验预习、实验记录和实验报告的基本要求

### （一）实验预习

为了使实验能够达到预期的效果，实验前一定要做好充分的预习。预习时除了要求反复阅读实验内容，领会实验原理，了解有关的实验步骤、所需的仪器和药品以及注意事项外，还要求写好预习报告，其内容包括下面几项：

- (1) 实验内容；
- (2) 实验目的；
- (3) 实验原理（或反应式）；

- (4) 试剂的规格、用量及有关的物理常数；
- (5) 简明的操作步骤；
- (6) 实验装置图。

## (二) 实验记录

实验记录包括实验的日期，实验内容，加入药品的名称、规格、数量，仪器装置，每一步操作的时间、内容和观察到的现象及测得的各种数据。记录要实事求是，准确反映真实的情况。要一边进行实验一边作记录，不许事后凭记忆补写。记录还必须做到简明扼要，字迹整洁，不仅自己能看懂，他人也能看懂。实验记录是原始资料，必须予以重视。

## (三) 实验报告

实验报告是总结实验进行的情况，分析实验中出现的問題，整理归纳实验结果，把直接的感性认识提高到理性思维阶段的必要一步。因此每做完一个实验都必须认真写好实验报告。实验报告的格式因不同类的实验而异，具体要求如下：

### 1. 基本操作及合成实验报告

- (1) 实验内容；
- (2) 实验目的；
- (3) 实验原理（或反应式）；
- (4) 试剂的名称、规格、用量及有关物理常数；
- (5) 简明的实验步骤；
- (6) 实验装置图；
- (7) 实验结果（包括产品的外观、产量、产率计算或其他数据）；
- (8) 分析、讨论或问题解答。

### 2. 性质实验报告

- (1) 实验内容；
- (2) 实验目的；
- (3) 操作记录（如表 1.2）；
- (4) 问题解答。

表 1.2    × × × 性质实验操作记录

| 内 | 容 | 步 | 骤 | 现 | 象 | 解释或反应式 | 结 | 论 |
|---|---|---|---|---|---|--------|---|---|
|   |   |   |   |   |   |        |   |   |

由于预习报告和实验报告前部分内容基本相同，所以两者可统一起来，先完成预习报告，做完实验后再加上后部分内容，便成了一份完整的实验报告。

## 第二部分 基本操作和实验技术

### 实验 2.1 塞子的钻孔和简单玻璃工操作

#### ●实验目的

练习塞子的钻孔和玻璃管的简单加工。

#### ●实验原理

在有机化学实验中，为使各种玻璃仪器正确地装配起来，若非采用标准接口玻璃仪器，则必须使用各种规格的玻璃管及塞子等配件。因此，塞子的钻孔和玻璃管的加工是有机化学实验不可缺少的基本操作。

#### ●实验步骤

##### I. 塞子的钻孔

有机化学实验常用的塞子有橡皮塞和软木塞两种。橡皮塞不漏气，不易被酸碱腐蚀，但易被有机物溶胀或侵蚀。软木塞不易与有机物作用，但易漏气且易被酸碱腐蚀。

##### 1. 塞子大小的选择

塞子的大小应与所塞仪器的口径相适应，塞子塞入瓶口的部分以 $1/3 \sim 2/3$ 为宜（即不少于 $1/3$ ，不多于 $2/3$ ，如图 2.1）。使用新的软木塞则以能塞入 $1/3 \sim 1/2$ 为宜，因为经过压塞机压紧后，塞子变小，就能塞入 $2/3$ 左右了。

##### 2. 钻孔器的选择

为了在塞子内插入冷凝管、导气管、滴液漏斗等，必须在塞子上钻孔。靠手力钻孔的工具叫钻孔器（或称打孔器）。若将钻孔器固定在简单的机械上，借机械力来钻孔，这种机械叫打孔机。每套钻孔器约有五六支不同的钻嘴以供选择。

若在软木塞上钻孔，打孔器钻嘴应比要插入的物体的外径略小一些。若在橡皮塞上钻孔，则打孔器的钻嘴应比要插入的物体的外径稍大一些，因为橡皮塞有弹性，孔道钻成后，孔径会变小。总之，塞子口径的大小应使插入其中的物体能紧密地贴合固定。

##### 3. 钻孔的方法

软木塞在钻孔之前要在压塞机上压紧，防止塞子在钻孔时破裂。钻孔时，将塞子放

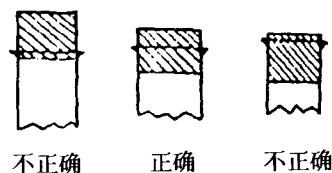


图 2.1 塞子的配置

在一块小木板上（以防塞子被钻穿时破坏桌面），小的一端朝上，打孔器的钻嘴刀口涂些甘油或凡士林以增加润滑，然后左手紧握塞子，右手持打孔器柄，一边向下用力，一边顺时针旋转打孔器，垂直均匀地转动。不可强行推入，也不可左右摆动，更不能倾斜。为防止将孔洞打斜，应时时注意打孔器是否保持垂直。当钻至约塞子高度的一半时，逆时针旋转取出钻嘴，用细金属棒捅掉钻嘴中的软木或橡皮，然后再从塞子大的一端，对准原来的钻孔位置，把孔打通。

钻孔后要检查孔道是否合用，如不费力就能把物体插入，说明孔道过大，容易漏气。若孔道过小或不光滑，可用小圆锉修整。

当把玻璃管或温度计插入塞子中时，可在插入的一端表面沾一些水或甘油润滑剂，一手握塞，另一只手握住插入物靠近塞子的地方，均匀用力慢慢旋入。手握住插入物的位置不能离塞子太远，因为离得太远容易折断玻璃管或温度计，以至将手割伤。插入或拔出管时，手指不能捏压在弯曲的地方（如图 2.2）。

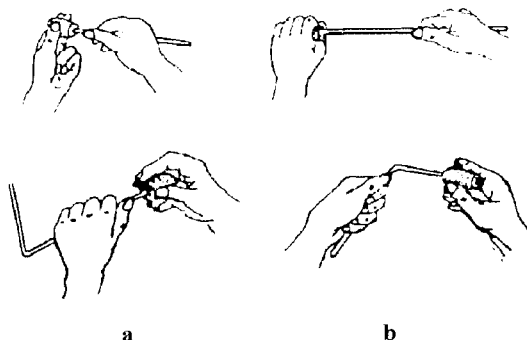


图 2.2 玻璃管插入塞子

a. 正确操作；b. 不正确操作

## II. 简单玻璃工操作

### 1. 玻璃管的清洁和截断

所加工的玻璃管应清洁和干燥，加工后的玻璃管（棒）视实验要求可用自来水或蒸馏水清洗。制备熔点管的玻璃管则要先用洗涤剂洗涤，再用蒸馏水清洗，干燥后再进行加工。

玻璃管的截断操作分为两步：第一步，先用三角锉刀锉痕。锉痕时，左手拇指按住玻璃管要截断的地方，右手握住锉刀，在要截断的地方朝一个方向锉出一个稍深的凹痕。切不可来回锉，否则，不但锉痕多，而且易使锉刀变钝。凹痕的长短约占管周的 $1/6$ 。第二步，锉出凹痕后，用两手握住玻璃管凹痕的两边，两个大拇指分别按在凹痕的背面两边，轻轻向前推，同时用力急速向两边拉，玻璃管即平整断开（如图 2.3）。为了安全，常用布包住锉痕的两边再折。折断时尽可能远离眼睛，以免玻璃碎粒飞入眼睛。

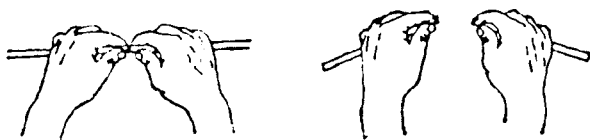


图 2.3 玻璃管的折断

也可以用玻璃棒拉细的一端在酒精喷灯上强热，软化后紧按在锉痕处，玻璃管即沿锉痕处断开。若裂痕未扩展成一整圈，可逐次用烧热的玻璃棒压在裂痕稍前处，直至玻璃管完全断开，此法最适用于接近玻璃管端处的折断。

玻璃管的断口很锋利，易划破皮肤，也不易插入塞子的孔中，所以须在火焰中烧熔，使之光滑。将玻璃管呈 $45^\circ$ 角在氧化焰边缘处一边烧一边来回转动直至平滑即可。

## 2. 玻璃管的弯曲

双手手心向外持玻璃管，把需弯曲的地方小火预热后，在鱼尾形的火焰中继续加热，受热部分宽度 5~8 cm 左右，同时玻璃管缓慢均匀地向一个方向转动（若两手用力不均匀，玻璃管会在火焰中扭歪），当玻璃管受热部分变黄色，足够软化时，即从火焰中取出，两手水平持着，玻璃管中间已软化的部分由于重力作用向下弯曲，两手轻轻向中间用力，使玻璃管弯曲至需要的角度（如图 2.4）。如果玻璃管要弯曲成较小的角度，常常需要分几次弯，每次弯到一定的角度，重复操作（每次加热的中心应稍有偏移），用积累的方式达到需要的角度。



图 2.4 弯曲玻璃管的操作

在无鱼尾灯的情况下，可将玻璃管一端用橡皮乳头套上（拉丝后封闭也可），斜放在煤气灯或酒精喷灯火焰上加热至玻璃管发黄变软，再从火焰中取出弯至所需的角度。

为使管径保持不变，加热时两手尽量不要向外拉玻璃管，并且在弯成角度后在玻璃管开口一端轻轻吹气。还有一种弯管的方法是将玻璃管在弱火上烘，两手托住玻璃管的两端，在火中来回摆动，玻璃管在两手轻轻向中心用力及重力作用下，受热部分渐渐软化而弯曲下来。这样的弯管虽未经吹气，但由于火弱而受热面大，弯曲部分的口径虽较原来稍细些，但缩小不显著，可符合一般要求。

弯好的玻璃管从整体上看应尽量在一个平面上，外形平滑均匀（如图 2.5）。加工后的玻璃管应立即进行退火处理，即在弱火焰中加热片刻，然后将玻璃管慢慢移离火焰，放在石棉网上冷却至室温。不然，玻璃管会因急速冷却，内部产生很大应力，即使不立即裂开，过后也有破裂的可能。

## 3. 熔点管和沸点管的拉制

这两种管子都需要将玻璃管拉细成一定规格的毛细管。取一根清洁干燥、直径约 1 cm、壁厚 1 mm 左右的玻璃管，先在小火上烘，再加大火焰并不断转动玻璃管。一般习惯用左手握玻璃管转动，右手托住，两掌心相对（如图 2.6）。转动玻璃管时不要上下前后移动。在玻璃管略为变软时，托玻璃管的右手也要以相同的方向和速度转动，以

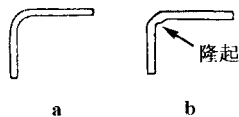


图 2.5 弯好的玻璃管形状

a. 合用的；b. 不合用的

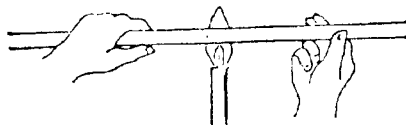


图 2.6 拉玻璃管

免玻璃管扭曲起来。待玻璃管烧成红黄色时，即可从火焰中取出，两手平稳地向两边拉开，开始慢些，然后逐步加快，使之成为内径约为 1 mm 左右的毛细管（如图 2.7）。然后将毛细管截成 15 cm 左右的小段，两端用小火封闭（封口时将毛细管呈 45°角在小火边缘处一边加热一边转动）。使用时只要将此毛细管中央折断即成为两根熔点管。

用上法拉成内径为 3~4 mm 的毛细管，截成长 7~8 cm，一端用小火封闭作为沸点

管的外管，另将内径约为 1 mm 的毛细管截成 8~9 cm 长，封闭其一端，这两根毛细管即可组成沸点管了。

为检验毛细管封闭是否合格，可在使用前将其封闭的一端浸在盛有水的小烧杯中，毛细管不进水即为合格。

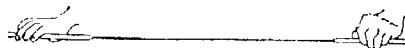


图 2.7 拉毛细管

## 思考题

1. 选用塞子时要注意什么？如果钻孔时钻孔器不垂直于塞子的平面，结果会怎样？怎样才能使钻嘴垂直于塞子的平面？为什么塞子打孔要两面打？
2. 截断玻璃管时要注意什么？怎样弯曲和拉细玻璃管？在火焰上加热时，怎样才能防止玻璃管被拉歪？
3. 弯曲和拉细玻璃管时，软化玻璃管的温度有什么不同？为什么要不同？弯制好了的玻璃管如果立即和冷的物件接触会发生什么不良的后果？怎样避免？
4. 把玻璃管插入塞子孔道中时要注意什么？怎样才不会割破手？拔出时要怎样操作才安全？

## 实验 2.2 熔点的测定

### ●实验目的

- (1) 了解测定熔点的意义。
- (2) 掌握测定熔点的方法。

### ●实验原理

熔点为固液两相在大气压下达到平衡时的温度。纯的结晶物质的熔点是一定的。从初熔至全熔（称熔点范围或熔程、熔点距），温度不超过 0.5~1℃。如果物质含有杂质，则熔点往往下降，熔程增长。因此常常利用测定熔点来估计有机化合物的纯度。

为理解物质的熔点及熔程，我们可以从分析物质的蒸气压与温度的关系曲线图入手（如图 2.8）。曲线  $SM$  表示固相的蒸气压与温度的关系，曲线  $LM$  表示液相的蒸气压与温度的关系。由于固相蒸气压随温度的变化速率大于液相，以至两曲线相交于  $M$  点。在交叉点  $M$  处，固液两相可以平衡并存，此时的温度  $T_M$  即为该物质的熔点。高于或低于此温度，体系就只可能有一相存在。纯晶体物质有固定和敏锐的熔点，故在测定熔点的过程中，接近熔点时加热速度一定要

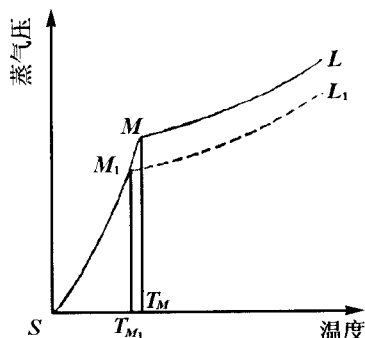


图 2.8 物质温度与蒸气压的关系