

有机化学实验

北京林业大学有机化学实验室
一九九三年元月

目 录

第一部分 有机化学实验室的一般知识	
第一章 实验须知	1
1.1 实验时注意事项	1—1
1.2 事故的处理和急救	2—2
1.3 常用玻璃仪器简介	2—7
1.4 实验报告的基本要求	3—8
第二章 有机化学实验技术	8—8
2.1 塞子钻孔和简单的玻璃工操作	8—11
2.2 加热和冷却	9—12
2.3 重结晶及过滤	12—14
2.4 蒸馏	14—14
(一) 简单蒸馏	14—15
(二) 分馏	15—17
(三) 减压蒸馏	17—19
(四) 水蒸汽蒸馏	19—21
2.5 萃取	21—22
2.6 色谱法	22—22
(一) 柱色谱	23—23
(二) 薄层色谱	23—23
(三) 气相色谱	23—26
第二部分 实验部分	27—27
第三章 基本操作训练	27—27
实验一 熔点和微沸点的测定及温度计的校正	27—30
实验二 折光率的测定	30—32
实验三 旋光度的测定	32—34
实验四 乙醇的蒸馏	34—35
实验五 无水乙醇和绝对乙醇的制备	35—37
实验六 丙酮—二氯乙烷混合物的分馏	37—38
实验七 柱色谱分离植物中的色素	38—41
实验八 薄层色谱法分离碳水化合物	41—44
实验九 纸色谱法分离氨基酸	44—45
实验十 气相色谱法分析环己烷和苯的混合物	45—48
实验十一 气相色谱法测定乙醇中少量水分	48—51
实验十二 植物油中脂肪酸含量的测定	51—52
第四章 合成实验	52—52
实验十三 环乙烯的制备	52—53
实验十四 乙酸乙酯的制备	53—55

实验十五	溴乙烷的制备	56—57
实验十六	乙酰苯胺的制备	57—59
实验十七	肉桂酸的制备	59—60
实验十八	乙二酸的制备	60—61
实验十九	苯甲醇和苯甲酸的制备	62—63
实验二十	邻硝基苯酸和对一硝基苯酸的制备	63—64
实验二十一	2-甲基-2-丁醇的制备	64—66
实验二十二	1-苯乙醇的制备	66—66
实验二十三	苯乙酮的制备	67—68
实验二十四	苯甲酰乙酸乙酯的制备	68—69
实验二十五	4-苯基-2-丁酮的制备	69—70
实验二十六	甲基橙的制备	70—72
第五章	天然产品的提取	73
实验二十七	水蒸汽馏提取八角茴香油	73
实验二十八	从苯叶中提取咖啡因	73—75
实验二十九	油脂的提取	75—76
实验三十	烟草中烟碱提取和烟碱的性质	76—78
实验三十一	生物碱的提取	78—80
实验三十二	松脂含油量的测定	80—81
第六章	性质实验	81
实验三十三	醇、酚、醛、酮的化学性质	81—83
实验三十四	碳水化合物的化学性质	83—87
第三部分	附录	87
3.1	常用元素的原子量表	87
3.2	常用化合物的物理常数	88
3.3	关于有毒化学药品的知识	89
3.4	辞典和手册	90

第一部分 有机化学实验的一般知识

第一章 实验须知

1.1 实验时一般注意事项

进行有机化学实验，经常使用易燃、易爆、有毒和有腐蚀性的化学药品。如果使用不当，就有可能产生着火、爆炸、中毒等事故。此外，玻璃器皿电器设备使用处理不当也会发生事故，为了防止事故的发生，必须注意以下几点：

一、实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥。

二、实验进行时应经常注意仪器有无漏气、碎裂，反应进行是否正常等情况。

三、对危险性较大的实验，操作时应使用防护眼镜、面罩、手套等，设备，对有毒或有恶臭气体的实验，应在通风橱或室外进行。

四、将玻璃管或温度计插入塞中时，应先检查塞孔大小是否合适，管口是否平光，并用布裹住或用水、甘油等润滑后旋转而入，握玻璃的手应靠近塞子，防止因玻璃折断而割伤；

五、严禁在实验室内吸烟或吃饮食物，实验结束时，要细心洗手；

六、使用电器时，应防止人体与电器导电部分直接接触。不能用湿的手或手握湿物接触电插头。为了防止触电，装置和设置的金属外壳都应连接地线，实验后切断电源，再将连接电源的插头拔下。

1.2 事故的处理和急救

一、火灾

如一旦发生着火，应保持沉着、镇静，立即熄灭附近火源，切断电源，移开附近的易燃物质。有机化学实验室采用压盖石棉网或湿毛巾使燃着的物质隔绝空气的办法来灭火，通常不能用水。如电器着火，必须先切断电源，然后才能用二氧化碳或四氯化碳灭火器去灭火（注意：用四氯化碳灭火，应打开门窗，否则有光气中毒的危险！）。绝不能用水和泡沫灭火器去灭火，因为它们能导电，会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火，切勿奔跑，用厚的外衣包裹便熄，较严重者应躺在地上，（以免火焰烧向头部）用防火毯紧紧包住直至火熄灭。

总之，当失火时，应根据起火原因和火场周围的情况，采取不同的方法扑灭火焰。无论使用哪一种灭火器材，都应从火的四周开始向中心扑灭。

二、玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故，受伤后要仔细观察伤口有无玻璃碎粒。若伤势不重，让血流片刻，再用消毒棉花和硼酸水（或双氧水）洗净伤口，涂上碘酒包好；若伤口深，应立即用绷带扎紧伤口上部，以防大量出血，急送医务室。

三、烫伤

轻伤者涂以玉树油或硼酸软膏。重伤涂以烫伤油膏后送医务室诊治。

四、药品灼伤

酸：立即用大量水洗，然后用5%碳酸氢钠溶液洗，再涂上油膏。

碱：立即用大量水洗，然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗，再涂上油膏。

溴：立即用大量水洗再用酒精擦至无溴液存在为止，然后涂上甘油或烫伤油膏。

五、试剂入眼内

酸：用大量水洗，再用1%碳酸氢钠溶液洗。碱：用大量水洗，再用1%硼酸溶液洗。

溴：用大量水洗，再用1%碳酸氢钠溶液洗。

玻璃：用镊子移去碎玻璃或在盆中用水洗，切勿用手揉动。经急救后送医务室诊治。为了处理事故需要，实验室应备有急救箱，内置以下一些物品：

1. 绷带、纱布、棉花、橡皮膏，医用镊子、剪刀、洗眼杯等。

2. 凡士林、玉树油、硼酸软膏、烫伤油膏等。

3. 2%醋酸溶液、1%及5%碳酸氢钠溶液，酒精、甘油、红汞、龙胆紫碘酒等。

1.3 常用玻璃仪器简介

一、标准磨口及其编号

在有机实验装置中，经常把各种玻璃仪器连接起来，连接的方法有两种，一种是通过打孔塞连接起，一种是用磨口仪器。同规格的磨口可以相互直接连接起来，这种磨口连接的地方密封程度很好。而且又不会被溶剂溶胀和溶解，使反应物不受污染，使用起来非常方便。

由于玻璃仪器的容量大小和用途不同，因而磨口的大小和类型也不一样，磨口有平口、园柱形、球形、锥形等类型，大多是标准化的锥形磨口（即标准磨口），标准磨口接头是由磨口套管和磨口插头组成磨口的大小有很多种，常用的标准磨口有10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50，这里数字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相接。

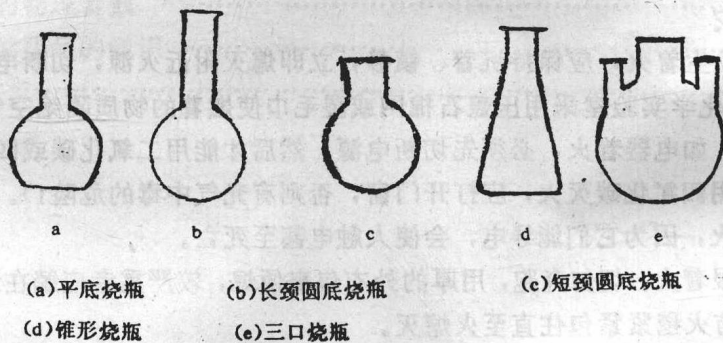
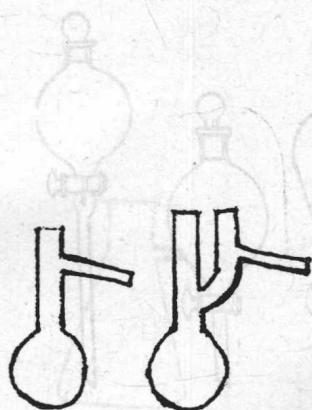
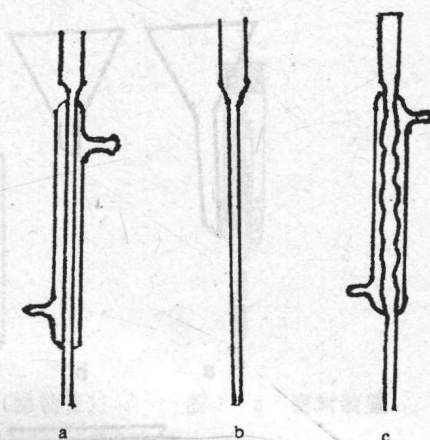


图 1-1 烧瓶



(a) 蒸馏烧瓶 (b) 克氏蒸馏烧瓶

图 1-2 蒸馏烧瓶



(a) 直形冷凝管 (b) 空气冷凝管

(c) 球形冷凝管

图 1-3 冷凝管

二、常用的玻璃仪器及其用途

1.4 实验报告的基本要求

实验完毕后,要认真总结,分析出现的现象,整理归纳实验结果。如果实验失败了,应找出失败的原因。然后写出报告交给教师。写实验报告是实验课的一个不可缺少的重要环节,通过这一环节将感性认识提高到理性认识,加强实验效果。

实验报告应有以下内容:

- 一、目的要求
- 二、反应和操作原理
- 三、主要试剂和产物的物理常数,危险性和毒性数据
- 四、实验步骤和现象记录
- 五、粗产物的纯化原理
- 六、数据处理:理论产量、产率
- 七、主要仪器装置图
- 八、讨论

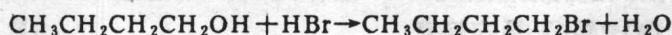
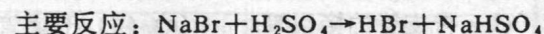
实验报告范例:

实验 X 正溴丁烷的合成

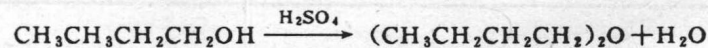
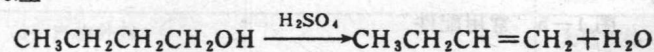
一、目的要求

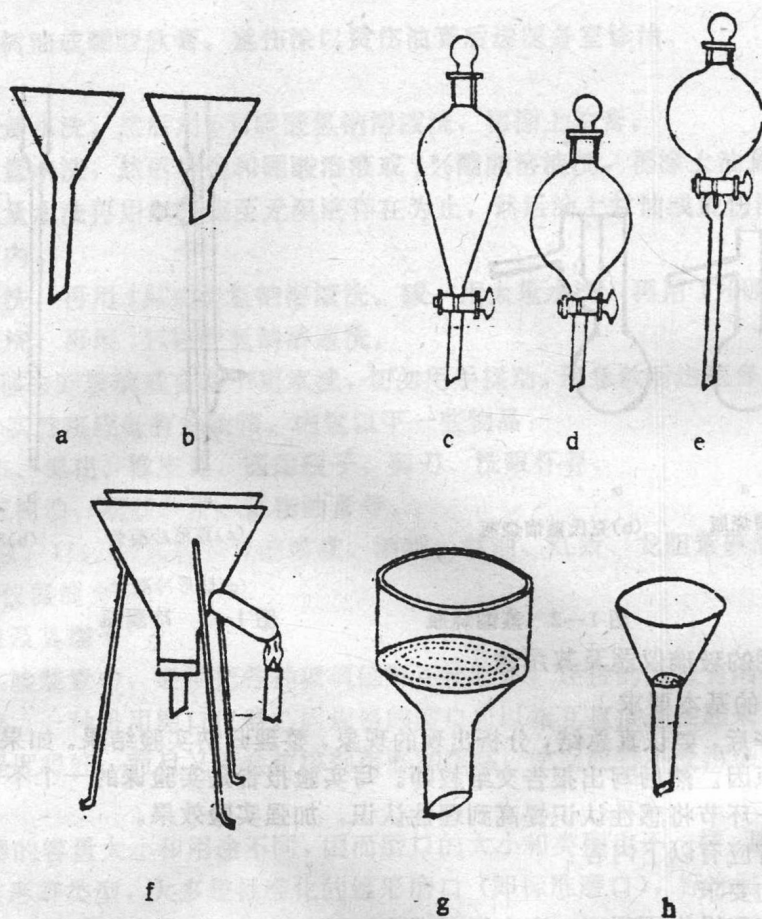
1. 了解从醇制备卤代烷的原理
- 2 初步掌握回流及气体吸收装置和分液漏斗的应用

二、反应式



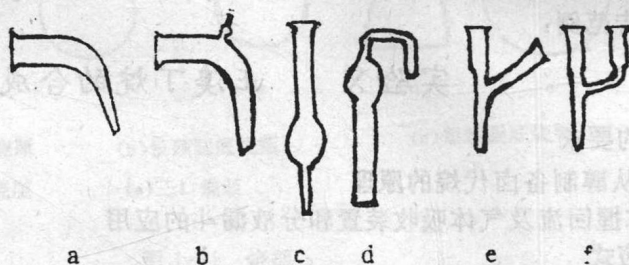
付反应





- (a) 长颈漏斗 (b) 短颈漏斗 (c) 梨形分液漏斗
 (d) 圆形分液漏斗 (e) 滴液漏斗 (f) 保温漏斗
 (g) 布氏漏斗 (h) 小型多孔板漏斗

图 1-4 漏斗



- (a) 接引管 (b) 带支管的接引管 (c) (d) 干燥管
 (e) (f) 二通连接管

图 1-5 常用配件



图 1-6 抽滤瓶



图 1-7 熔点测定管 (梯勒管)



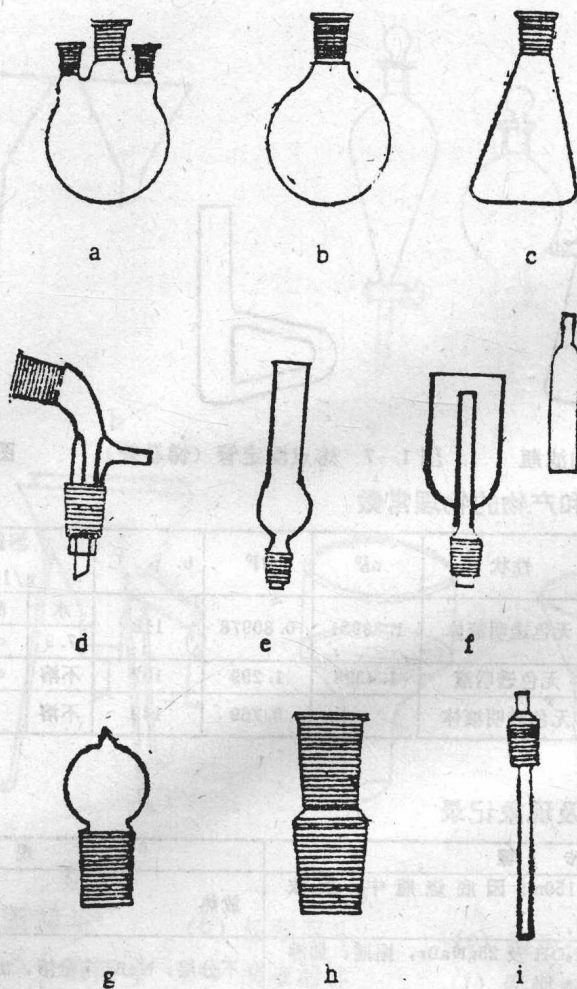
图 1-8 密封装置

三、主要试剂和产物的物理常数

分子量	性状	n_D^{20}	d_4^{20}	b. p. $^{\circ}\text{C}$	溶解度 g/100ml			爆炸极限
					水	醇	醚	
正丁醇 74.12	无色透明液体	1.39931	0.80978	118	7.9	∞	∞	
正溴丁烷 137.03	无色透明液	1.4398	1.299	102	不溶	∞	∞	
正丁醚	无色透明液体		0.769	142	不溶		溶	

四、实验步骤及现象记录

步 骤	现 象
(1) 放 20ml 水于 150ml 园底烧瓶中, 加浓 H_2SO_4 29ml, 振摇冷却。	放热
(2) 加 18.5ml $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 及 25g NaBr , 振摇, 加沸石。	不分层, NaBr 未全溶, 出现 HBr 白雾。
(3) 装冷凝管, 气体吸收装置, 用电热套加热半小时, 保持微沸。	沸腾, 瓶中白雾增多, 瓶液变成三层, 上层极薄, 中层橙黄色, 上层变厚, 中层变薄, 最后消失, 上层由淡黄变为橙黄。
(4) 稍冷, 改成蒸馏装置, 加沸石, 蒸出正溴丁烷。	馏出液浑浊, 并分层。蒸馏瓶上层逐渐消失, 消失后过片刻停止蒸馏, 蒸馏瓶冷却析出无色结晶。
(5) 将馏出液用 15ml 水洗涤, 在分液漏斗中分出有机质。	产物在下层
用 10ml 浓 H_2SO_4 洗涤	产物在上层
用 15ml 水洗涤	
用 15ml 饱和 NaHCO_3 洗涤	二层交界处有絮状物
用 15ml 水洗涤	
(6) 放粗产物置于 150ml 锥形瓶中, 加 2g CaCl_2 干燥。	粗产物浑浊, 稍摇后透明。
(7) 将粗产物滤入 30ml 园底烧瓶中, 加沸石, 蒸馏, 收集 99-103 $^{\circ}\text{C}$ 馏分。	99 $^{\circ}\text{C}$ 以前馏出液很少, 长时间稳定在 101-102 $^{\circ}\text{C}$, 升至 103 $^{\circ}\text{C}$, 温度下降停止蒸馏。
(8) 产品称重:	瓶重 15.5g, 毛重 33.5g, 净重 18g。
(9) 产物外观	无色液体。



(a) 三口烧瓶 (b) 圆底烧瓶 (c) 锥形瓶 (d) 接引管 (e) 干燥管
(f) 搅拌封管 (g) 顶塞 (h) 大小接头 (i) 温度计套管

图 1-9 常用的标准磨口仪器 (一)

五、产率计算：

理论产量 (按正丁醇计算)：

$$0.2 \times 137 = 27.4 \text{ g}$$

$$\text{产率} = \frac{18}{27.4} \times 100\% = 66\%$$

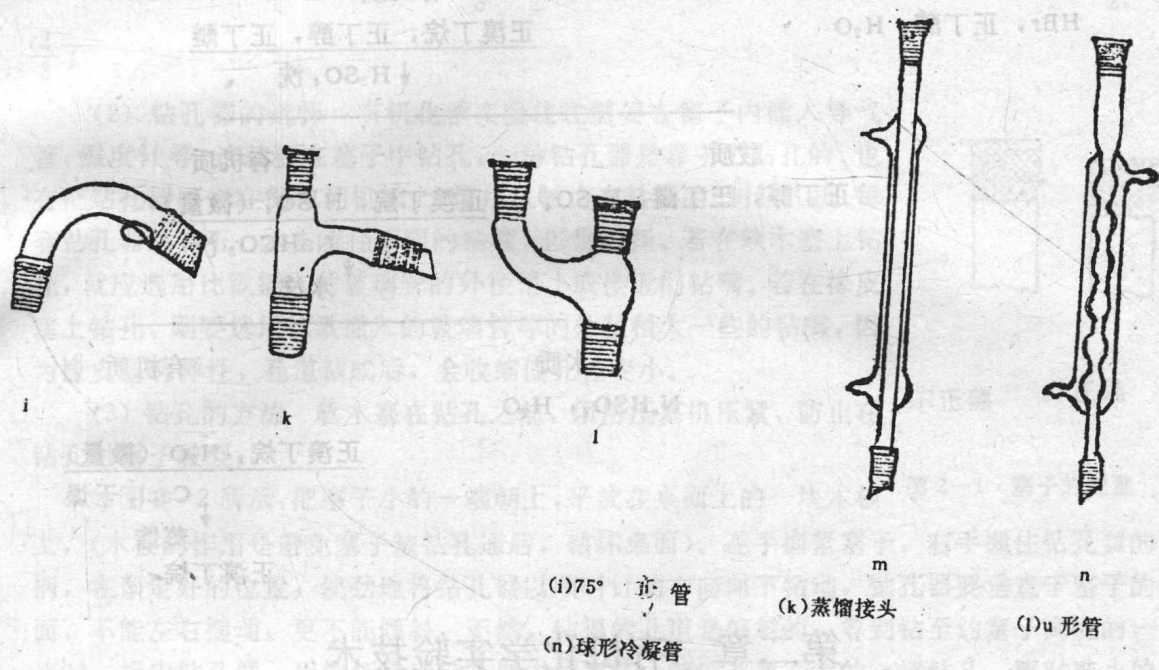
六、讨论

(1) 烧瓶中分三层，上层为正溴丁烷，中层可能为硫酸氢正丁酯，中层消失意味着酯转化成了正溴丁烷，液体的颜色可能为付产物溴所致。

(2) 蒸去产物后，烧瓶中的结晶是 NaHSO_4 。

(3) 存在的问题：

由于疏忽大意，反应开始前忘加沸石，使回流不正常，停止加热，稍冷后再加沸石继续回流，致使操作时间延长，以后要引起注意。



(i) 75° 弯管
 (k) 球形冷凝管
 (l) U形管
 (m) 蒸馏接头
 (n) U形管

图 1-10 常用的标准磨口仪器 (二)

七、粗产物纯化原理：

反应混合物：正丁醇、正溴丁烷、正丁醚。

有机化学实验常用的塞子有软木塞和橡皮塞两种。软木塞的优点是不易和有机物作用，但易漏气和易被酸碱腐蚀。橡皮塞虽然不漏气和不易被酸碱腐蚀，但易被有机物侵蚀或溶胀。究竟选用哪一种塞子合适要看具体情况而定。不论使用哪一种塞子，塞子大小的选择和钻孔的操作都是必须掌握的。

(1) 塞子大小的选择 塞子的大小应与仪器的口径相适合，塞子进入瓶颈或管颈的部分不能少于塞子本身高度的 $\frac{1}{2}$ ，也不能多于 $\frac{2}{3}$ ，如图 2-1 所示。

使用新的软木塞时只要能塞入 $\frac{1}{3} \sim \frac{1}{2}$ 就可以了，因为经过压塞机压软后就能塞入 $\frac{1}{2} \sim \frac{2}{3}$ 了。

(2) 钻孔器的选择 有机化学实验往往需要在塞子内插入导气管、温度计等，这就要在塞子中钻孔，一种钻孔器是靠手力钻孔的。也有把钻孔器固定在简单的机械上，借用机械力来钻孔的，叫钻孔机。每套钻孔器约有五、六支直径不同的钻嘴，以供选择。若在软木塞上钻孔，就应选用比欲插入的玻璃管的外径稍小或接近的钻嘴。若在橡皮塞上钻孔，则要选用比欲插入的玻璃管等的外径稍大一些的钻嘴，因为橡皮塞有弹性，孔道钻成后，会收缩使孔径变小。

(3) 钻孔的方法 软木塞在钻孔之前，须用压塞机压紧，防止在钻孔时塞子破裂。

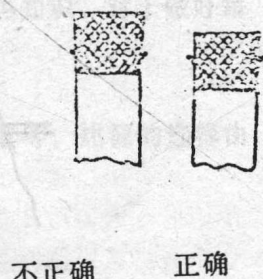


图 2-1 塞子的配置

如图 2-2 所示，把塞子小的一端朝上，平放在桌面上的一块木板上，(木板的作用是避免塞子被钻孔通后，钻坏桌面)。左手握紧塞子，右手握住钻孔器的柄，在预定好的位置，使劲地将钻孔器以顺时针的方向向下钻动，钻孔器要垂直于塞子的面，不能左右摆动，更不能倾斜，不然，钻得的孔道是偏斜的，等到钻至约塞子高度的一半时，拔出钻孔器，用铁杆通出钻孔器中的塞芯。然后在塞子大的一端钻孔，要对准小的那端的孔位，照上述同样的操作钻孔，直至钻通为止。拔出钻孔器，通出钻孔器内的塞芯。

为了减少钻孔时的摩擦，特别是橡皮塞钻孔时，须在钻孔器的刀口上涂些甘油或凡士林。钻孔后，要检查孔道是否合用，如果不费力就能插入玻管时，说明孔道过大，玻管和塞子之间不够紧密，会漏气，不能用。若孔道略小或不光滑时，可用圆锉修整。

2. 简单玻璃工操作

(1) 玻管的截断 玻璃管的截断操作，一是锉痕，二是折断。锉痕用的工具是小三角钢锉或砂轮。锉痕的操作是：把玻管平放在桌子的边缘上，用一只手的拇指按住玻璃管要切断的地方，另一只手拿三角锉用力锉出一道凹痕(向前或向后锉，不能来回拉锉)。折断：锉痕朝外，两手握住玻管用两手拇指抵住锉痕的背面，稍用拉力和向外弯折的合，就可使玻管断开。如图 2-3 所示。

为了安全起见，常用布包住玻璃管，同时尽可能远离眼睛，以免玻璃碎粒伤人。

玻璃的断口很锋利，容易划破皮肤、橡皮管或塞子，必须在火焰中烧光滑。把玻管的截断面斜放在氧化焰的边缘，不断转动玻管。烧到微红，就可使玻管内的截断面变光滑。不可烧得太久，否则管口会缩小。

(2) 玻璃管的弯曲 双手持玻管，把需要弯曲的地方在火焰上加热，在火焰中使玻管

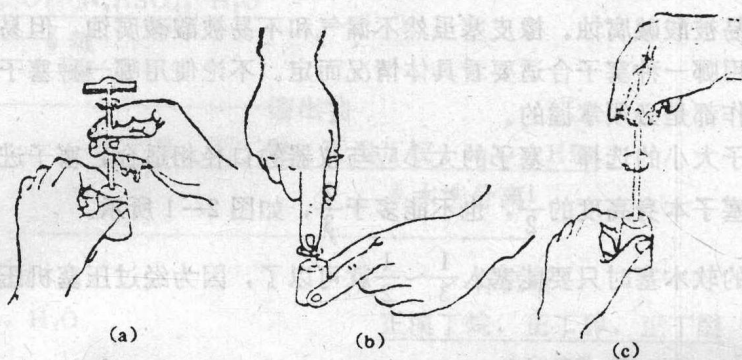


图 2-2 软木塞的钻孔

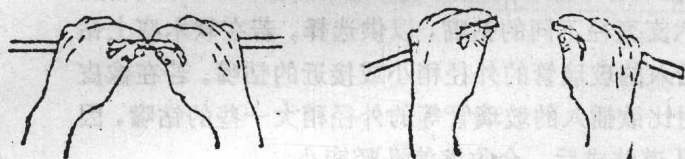


图 2-3 玻璃管的折断

缓慢、均匀而不停地向同一个方向转动，以使受热均匀。当玻璃管受热部分发出黄红光时，从火焰中取出，逐渐弯成所需的角度。如果弯成较小的角度，可分几次弯成，但在多次加热时，玻璃管各次的加热中心应稍有偏移。如图 2-4 所示。

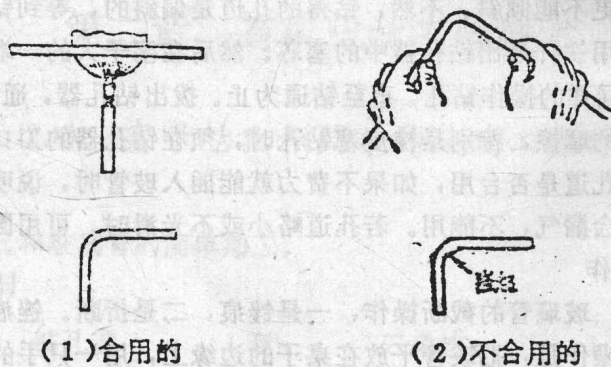


图 2-4 弯成的玻璃管的形状

(3) 熔点管和沸点管的拉制

这两种管子的拉制实质上就是把玻璃管拉成一定规格的毛细管。

拉制的步骤：把一根干净的直径约 0.8—1 厘米的玻璃管，拉成内径约 1—1.5 毫米和 3—1 毫米的两种毛细管。然后将直径 1—1.5 毫米的毛细管截成 15—20 厘米长，把此毛细管的两端在小火上熔封。使用时，在这根毛细管的中央切断，这就是两根熔点管。

玻璃管拉细的操作、加热方法和弯玻璃管相同，只不过加热程度要强一些，待玻璃被

烧成红色时，才从火焰中取出，两手平稳地沿水平方向拉开，直至所需要的规格为止。

沸点管的制备：是将上述方法拉成的进径3—4毫米的毛细管截成7—8厘米长，在小火上熔封其一端，另将直径约为1毫米的毛细管截成8—9厘米长，封闭其一端，这两根毛细管就可留作微量法的沸点测定实验使用。

问题

1. 选用塞子时应注意什么？塞子钻孔时是怎样操作的？
2. 截断玻璃时要注意那些问题？怎样弯曲和拉毛细管？
3. 把玻管插入塞子孔道中时要注意些什么？怎样才不会割破手？

2.2 加热和冷却

一、加热

许多有机化合物反应及有机化学实验的基本操作通常需要加热。然而由于实验对象不同对加热的温度和加热方式的要求也就不一样，所以，了解有关的加热知识，对于做好每一个实验是必要的。

1. 热源

有机化学实验室中常用的热源有酒精灯、煤气灯、电炉、电加热套等。热源的选择由被加热物质所需达到的温度，加热速度及安全要求来决定。

2. 加热方式

(1) 直接加热

用酒精灯、煤气灯或电炉的直接火焰虽能快速地将反应物加热到较高的温度，但是这种直接加热会导致局部过热引起有机化合物的部分分解，致使反应温度难以保持恒定。再则玻璃仪器在直接火焰下加热往往由于受热不均而炸裂。因此通常在有机化学实验中是不用直接加热的。

(2) 间接加热——电加热套

电加热套的电阻丝是用玻璃纤维织物包裹着的夹套，通电后它们受热以辐射的方式加热。用调压器控制和调节电加热包的加热温度。

加热温度在250℃以下可使用电加热套加热，将圆底烧或三口瓶置于大小相同的电加热套中即可，加热时操作十分方便且安全，即使低沸点易燃溶剂，将它们放入圆底烧瓶内后也可在电加热套内直接加热，加上它的加热范围很宽，是实验室较理想的热源，但电加热套价格贵，(连同调压器，一套200多元)，且较易损坏，使用时必须小心，正确的操作如下：

(I) 接通电源之前先将调压器反时针旋转至零，连接保温套，再接上电源，然后顺时针慢慢旋转到所需加热温度，加热低沸点，调压器在100V左右。高沸点或反应温度超过100℃时，调压器在120~200V之间，绝不可超过满载220V。停止加热时，应先将调压器反时针旋转至零，然后才能中断电源。

(II) 使用电加热套时一定不能加热过度，以免包裹的玻璃纤维熔融冷却后变硬而碎裂。

(III) 不能使有机液体、酸、碱溶液流到电加热套中，也不可让水进入其内，因为这将造成电阻丝短路或腐蚀而损坏，或触电。

3. 沸石

沸石是一种多孔性材料，将它加入反应物液体中，加热后从沸石孔隙中产生一连串细

小的空气泡，即形成“气化中心”。并由此产生的湍流，能有效地破碎液体中的大气泡，降低过热倾向，使之均匀沸腾。沸石可减少液体发生爆沸的机会。

使用沸石时应注意，先投入沸石，后加热液体，切忌在加热液体的过程中添加沸石，否则会由于急剧地释放出大量的空气泡而引起暴沸，使液体冲出容器外，沸石不必加的太多一两小粒即可。

二、冷却

有些反应，其中间体在室温下是不稳定的，必须在低温下进行，在重结晶操作过程中，为了减少固体化合物在溶剂中的溶解度，使其易于析出结晶，也常需要冷却。

冷却剂的选择是以所欲维持的温度和有待移去的热量而定。由于水便宜易得以及它的热容量大，故水为常用的冷却剂，在实验室里最简便的冷却方法是将盛有反应物的容器浸在冷水中冷却。如反应须在室温以下进行，则可用水和碎冰的混合物作冷却剂。其冷却效果比单用冰块好如需要把反应混合物冷却到 0°C 以下时，应把盐和碎冰按一定比例均匀混合。一份食盐与三份碎冰的混合物能使温度降至 $-5\text{---}-18^{\circ}\text{C}$ 。

2.3 重结晶及过滤

一、溶剂选择

从有机反应中分离出的固体有机化合物往往是不纯的，其中常夹杂一些反应副产物，未作用的原料及催化剂等。纯化这类物质的有效方法通常是用合适的溶剂进行重结晶。

进行重结晶操作时，选择理想的溶剂是个关键，理想的溶剂必须具备下列条件：

1. 不与被提纯物质起化学反应；
2. 在较高温度时能溶解多量的被提纯物质，而在室温或更低的温度时只能溶解很少量被提纯物质；
3. 对杂质的溶解度非常大或非常少（前一种情况是使杂质留在母液中不随提纯物晶体一同析出，后一种情况是使杂质在热过滤时被滤去）；
4. 容易挥发，易与结晶分离除去。

通常人们用很少量的要结晶的物质和不同的溶剂在小试管中进行试验的办法来筛选结晶溶剂，这种称之为“试错法”的方法普遍用来解决尚未被广泛研究的固体物质的纯化。有些为大家所熟悉的化合物，其合适的溶剂已在早期的工作中得到解决，因此，只要查阅化学手册或实验资料就可以决定应用的溶剂。

二、技术和步骤

1. 溶解固体

通常将结晶物质置于锥形瓶中，加入较需要量（根据查得的溶解度数据）稍少的适宜溶剂，加热到微微沸腾，若未完全溶解，可再分次逐渐添加溶剂，每次加入后均需再加热使溶液沸腾，直至物质完全溶解。如需要脱色，可加活性炭。

2. 过滤

如有不溶性杂质或活性炭存在，就在趁热过滤溶液。为了防止过滤过程中由于冷却而析出晶体，可采用热水漏斗保温或更简单的保温办法实现这一过程，见图2-5为此，可将一内放有沟纹滤纸的短颈漏斗搁置在三角瓶上，其下用恒温水浴予热。将要过滤的溶液加热至沸后分批注入漏斗中过滤，过滤到三角瓶中的溶剂受热后产生的蒸汽使漏斗保温。

3. 结晶

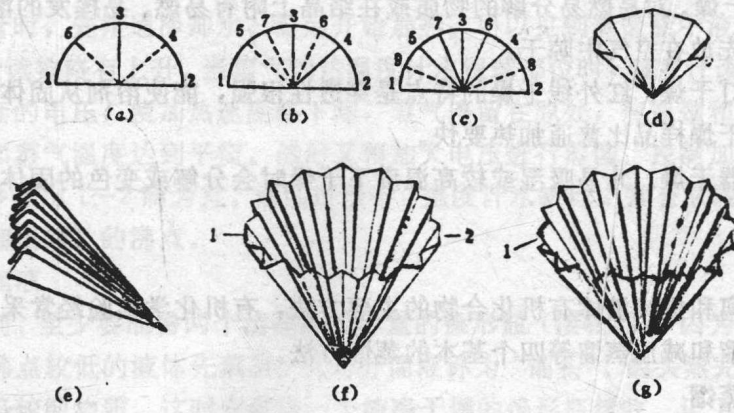


图 2-5 扇形滤纸叠法

作为结晶，最好使用三角烧瓶，它除了不易为尘埃污染外，还可用塞子塞住长期搁置，而不致使溶剂蒸发。

如溶液冷却后还不结晶，可以使用如下技术诱导结晶的形成。如用玻棒摩擦烧瓶内壁，或用冰水冷却溶液，或将一粒晶种投入母液等办法均可诱导溶液的结晶过程。

4. 结晶的分离

可用布氏漏斗减压过滤的技术收集晶体。将布氏漏斗装到吸滤瓶上，滤纸平贴在漏斗底部，盖住所有孔洞，但不要超过漏斗底边，过滤之前，先用少量溶剂润湿滤纸，然后减压过滤，收集在漏斗中的晶体应用少量溶剂洗涤去掉粘附在结晶表面上的母液。

在此期间暂停抽气，在晶体上加少量溶剂，用玻棒小心搅动，待晶体均匀湿润后，继续减压过滤，一般重复洗涤一两次即可，关系之前，应先将安全瓶上的活塞慢慢打开，接通大气，然后停泵。

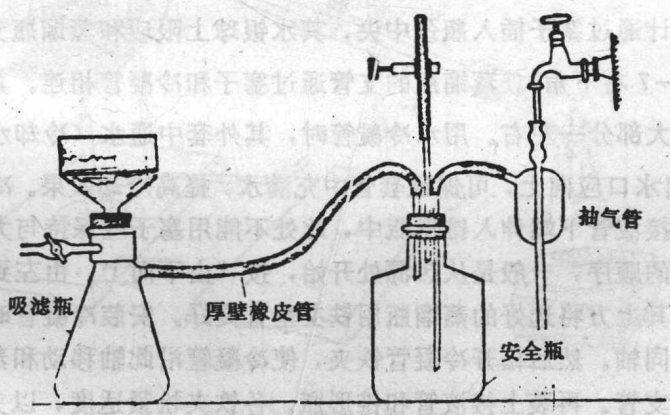


图 2-6 吸滤装置

5. 晶体的干燥

抽滤和洗涤后的晶体，表面上还吸附有少量溶剂，因此需干燥。根据物质的性质选择适当的方法进行干燥。

(1) 加热干燥。对于热稳定的固体可直接放在表面皿上，在烘箱中烘干，烘箱温度切勿超过干燥固体的熔点，以免固体分解和变色。

(2) 自然干燥。对易燃易分解的物质或在结晶上附有易燃、易挥发的溶剂(如乙醚、石油醚)时,应先放在空气中晾干。

(3) 红外灯干燥。红外线干燥的特点是穿透性很强,能使溶剂从固体内部的各方面蒸发出来,因此干燥样品比普通加热要快。

(4) 干燥器干燥。凡易吸湿或较高温度下干燥时会分解或变色的固体可用干燥器进行干燥。

2.4 蒸馏

蒸馏是分离和提纯液体有机化合物的主要方法,有机化学实验经常采用简单蒸馏,分馏、水蒸汽蒸馏和减压蒸馏等四个基本的蒸馏方法。

一、简单蒸馏

1. 基本原理

将液体加热至沸,使液体变为蒸气,然后使蒸气冷却再凝结为液体,这两个过程的联合操作称作蒸馏。通过蒸馏可以使混合物各组分得到部分和全部分离。但各组分的沸点必须相差较大(一般在 30°C 以上)才能得到较好的分离效果。

将液体加热,它的蒸气压就随温度升高而增大。当液体的蒸气压增大到与外界压力相等时,就有大量气泡从液体内部逸出,液体沸腾,这时的温度称为液体的沸点。显然,沸点与所受外界压力的大小有关。

2. 蒸馏操作

(1) 蒸馏装置及安装

蒸馏装置主要由气化,冷凝和接收三大部分组成。主要仪器有蒸馏瓶、温度计、直形冷凝器或空气冷凝器、接液管和锥形瓶等。

根据蒸馏物的量选择大小合适的蒸馏瓶,一般使蒸馏物的体积不超过瓶体的 $\frac{2}{3}$,也不少于 $\frac{1}{3}$ 。温度计通过塞子插入瓶颈中央,其水银球上限应和蒸馏瓶支管的下限在同一水平线上(见图2-7右下角)。蒸馏瓶的支管通过塞子和冷凝管相连。其位置应使蒸馏瓶支管伸入冷凝管扩大部分 $\frac{1}{2}$ 左右。用水冷凝管时,其外套中通水(冷却水自下端通入由上端导出)。上端的出水口应向上,可保证套管中充满水,提高冷却效果。冷凝管的下端通过塞子和接液管相连接液管下端伸入锥形瓶中,此处不能用塞子应保持与大气相通。

仪器安装的顺序,一般是从热源处开始,按“由下而上,由左到右”依次安装。先放好电热套,在其上方将选好的蒸馏瓶用铁夹垂直夹好。安装冷凝管时,应调整它的位置使与蒸馏瓶支管同轴。然后松开冷凝管铁夹,使冷凝管沿此轴移动和蒸馏瓶相连。这样才不致折断蒸馏瓶支管。再装上接液管和锥形瓶。各铁夹松紧适度,以夹住后稍用力尚能转动为宜。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。所有的铁夹和铁架都应整齐地放在仪器的背部。

(2) 加料和加热

将待蒸馏液体通过长颈玻璃漏斗或直接沿着面对支管口的瓶颈壁小心倒入蒸馏瓶中。(注意勿使液体从支管口流出)。加入2-3粒沸石塞好带温度计的塞子,再一次检查仪器的各部连接是否紧密和妥善。