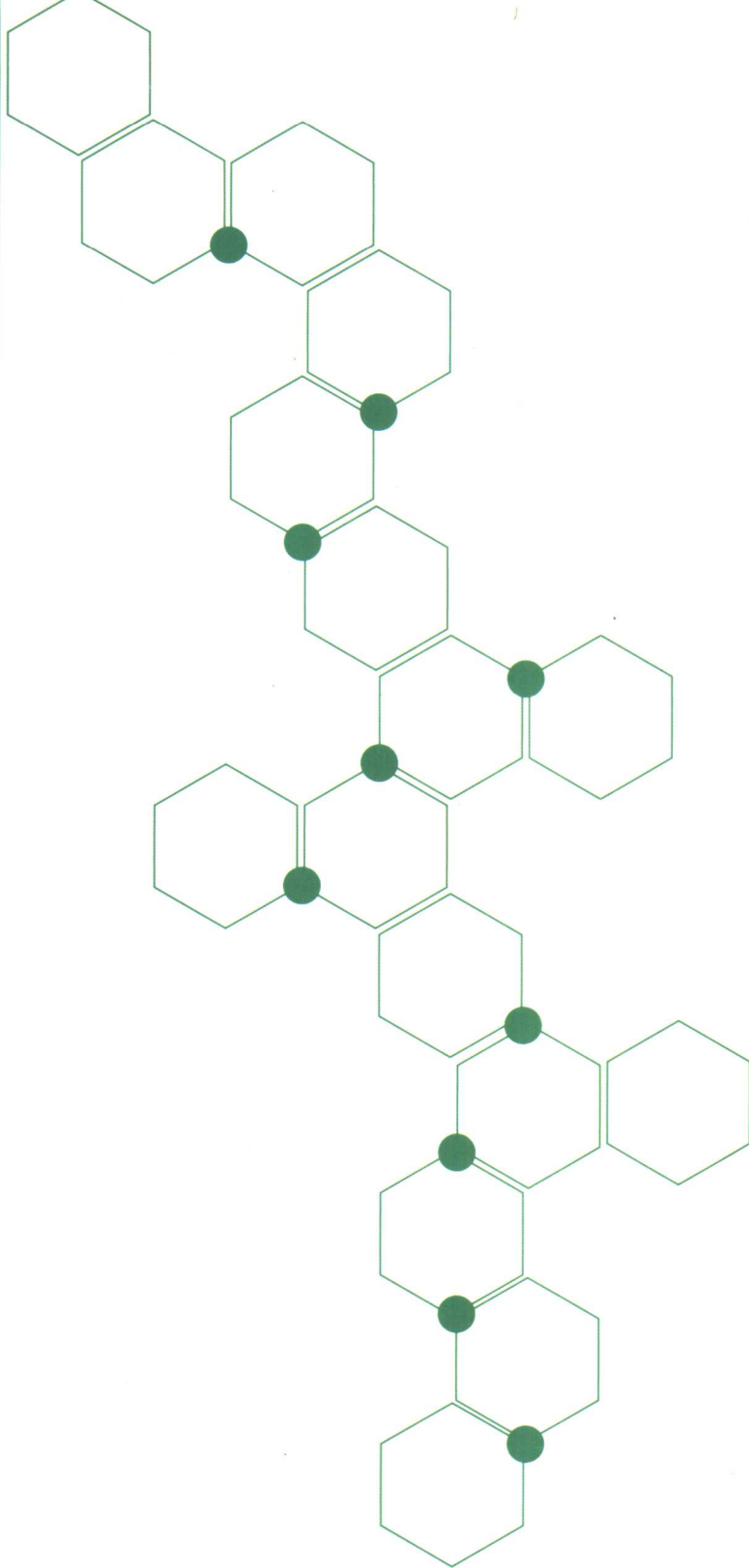


Organic Chemistry Experiment

有机化学实验

周和平 胡春弟 主编

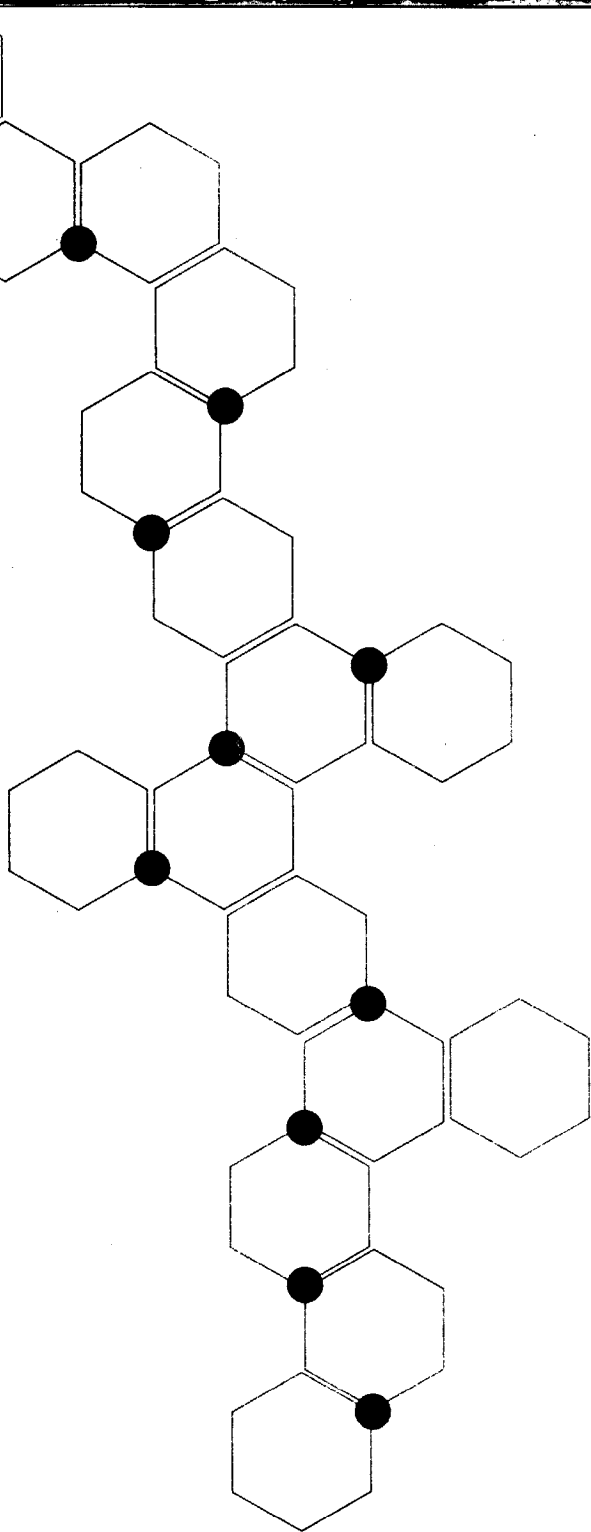
长江出版社



Organic Chemistry Experiment

有机化学实验

周和平 胡春弟 主编



长江出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/周和平, 胡春弟主编. —武汉: 长江出版社, 2006.2

ISBN 7-80708-116-3

I. 有... II. ①周... ②胡... III. 有机化学—化学实验—高等学校—教学参考资料 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 009271 号

有机化学实验

周和平 胡春弟 主编

责任编辑: 贾茜

技术编辑: 王秀忠

装帧设计: 刘斯佳

责任校对: 李海振

出版发行: 长江出版社

地 址: 武汉市汉口解放大道 1863 号

邮 编: 430010

E-mail: cjpub@vip.sina.com

电 话: (027) 82927763 (总编室)

(027) 82926806 (市场营销部)

经 销: 各地新华书店

印 刷: 鄂南新华印刷厂

规 格: 787mm × 1092mm

1/16

7 印张

150 千字

版 次: 2006 年 2 月第 1 版

2006 年 2 月第 1 次印刷

ISBN 7-80708-116-3/G · 41

定 价: 10.50 元

(版权所有 翻版必究 印装有误 负责调换)

前 言

“有机化学”是化学、化工、医药学等专业的重要基础课,它是以实验为基础的一门学科。“有机化学实验”是有机化学教学中必不可少的重要环节之一,它很强的实践性是有机化学理论课所不能代替的。多年来,我们一直希望能够编写一本适合医药学等专业使用的《有机化学实验》教材,供普通高等医药院校使用。本书是根据教育部化学、化工、医药学等专业“有机化学”教学大纲中“有机化学实验”部分的要求选编而成的。教材在编写时充分考虑当前我国普通高等院校基础课的教学现状,各院校和不同专业对“有机化学实验”的不同要求,对实验内容进行了精选。本书共分5章,第1章为有机化学实验的基础知识,第2章为有机化学实验的分离与提纯,第3章为物理常数的测定及模型作业,第4章为有机化合物的制备,第5章为有机化合物的性质。全书共35个实验,大多实验后附有思考题,以便于学生巩固掌握关键性操作及方法,书后有附录和参考文献,供学生查阅和进一步阅读之用。

本书在编写时注意突出以下特点:

1. 在内容上加强了与生命科学有关的有机化学实验基本操作技能的训练,为学生学习有机化学和后续的与有机化学有关的课程奠定必要的基础。

2. 强化了有机化合物的制备,目的是培养学生的动手能力,使基本操作技能得到综合训练。

3. 有机化学实验涉及有机化合物的合成、分离、提纯和鉴定。仪器分析是有机化合物鉴定的主要手段。关于仪器分析这方面的内容,参见分析化学有关部分,本书略去这部分内容。

4. 增加了综合性实验,希望通过综合性实验培养学生独立地分析问题和解决问题的能力,使学生的基础化学实验技能进一步提高。

本书所选内容对医学专业来说可能略多,目的在于通过使用本书有选择余地,各校各专业可根据自己的学时数和培养目标、实验室条件等自行取舍。

本书由周和平、胡春弟、黄胜堂、李伍林、姚刚、李向华等同志共同编写。

在编写过程中,吴基良教授、余英宏副教授对本书的编写给予了热情的关心和大力支持,万滋衡同志对本书的出版作出了重大的贡献,在此一并表示衷心的感谢。

应该说明的是,编写本书时参考借鉴了大量优秀教材的内容,对本书所引用的参考文献的作者和出版单位,编者在此谨表崇高的敬意。

限于编者的学识水平,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者不吝指正。

编 者

2006年1月

目 录

第1章 有机化学实验的基础知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室的安全常识	1
1.3 有机化学实验中常用的玻璃仪器	4
1.4 有机化学实验中常用反应装置	5
1.5 塞子钻孔和玻璃管的简单加工	10
1.6 有机化学实验预习、记录和实验报告	12
第2章 有机化合物的分离与提纯	14
2.1 实验一 常压蒸馏	14
2.2 实验二 减压蒸馏	16
2.3 实验三 水蒸气蒸馏	19
2.4 实验四 分馏	22
2.5 实验五 重结晶及过滤	24
2.6 实验六 萃取	27
2.7 实验七 升华	29
2.8 实验八 柱色谱法	31
2.9 实验九 薄层色谱法	35
2.10 实验十 纸色谱法	38
第3章 物理常数的测定及模型作业	41
3.1 实验一 熔点的测定	41
3.2 实验二 沸点的测定	43
3.3 实验三 折射率的测定	46
3.4 实验四 旋光度的测定	49
3.5 实验五 模型作业	51

第4章 有机化合物的制备	55
4.1 实验一 乙酰水杨酸的制备	55
4.2 实验二 乙酰苯胺的制备	57
4.3 实验三 乙酸乙酯的制备	58
4.4 实验四 溴乙烷的制备	60
4.5 实验五 甲基橙的制备	62
4.6 实验六 环戊酮的制备	63
4.7 实验七 环己酮的制备	64
4.8 实验八 对氨基苯磺酰胺(磺胺)的制备	65
4.9 实验九 尼可刹米的制备	67
4.10 实验十 2-甲基咪唑的制备	69
4.11 实验十一 局部麻醉剂苯佐卡因的制备	70
4.12 实验十二 香料添加剂 β -萘乙醚的合成	72
4.13 实验十三 综合性实验——从茶叶中提取咖啡因	73
4.14 实验十四 综合实验——多步合成	75
第5章 有机化合物的性质	79
5.1 实验一 烃、卤代烃、醇和酚的化学性质	79
5.2 实验二 醛和酮的性质	81
5.3 实验三 羧酸、取代羧酸和羧酸衍生物的化学性质	83
5.4 实验四 胺类化合物的化学性质	85
5.5 实验五 糖类化合物的化学性质	88
5.6 实验六 氨基酸、蛋白质的化学性质	90
附录	94
Ⅰ. 常见元素相对原子质量表	94
Ⅱ. 常用有机化合物的物理常数(20℃)	94
Ⅲ. 危险化学试剂的使用常识	95
Ⅳ. 有机化学文献和手册中常见的英文缩写	98
Ⅴ. 常用试剂的配制	103
参考文献	107



第1章 有机化学实验的基础知识

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课能正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,学生必须遵守下列规则:

1) 进入有机实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次实验前,认真预习有关实验的内容及相关的参考资料并完成实验预习报告后,方可进行实验。没有达到预习要求者,不得进行实验。

2) 每次实验时,先将仪器组装完毕,经指导老师检查合格后,方可进行下一步操作。在实验操作前,明确每一步操作的目的、意义,实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及在实验中应注意的安全问题。

3) 实验中要严格按操作规程操作,如有改变,必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细地观察实验现象,如实做好记录。实验完成后,由指导老师登记实验结果,并将实验成果回收统一保管。课后,按时写出符合要求的实验报告。

4) 不能穿拖鞋、背心等暴露身体过多的服装进入实验室,实验室内严禁吸烟、吃东西。

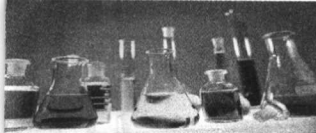
5) 在实验过程中,不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。

6) 在实验过程中应保持实验室内的环境卫生。公用仪器用完后,放回原处,并保持原样;药品用完后,应及时将瓶盖盖好。液体样品一般在通风橱中量取,固体样品一般在称量台上称取。仪器损坏应如实填写破损单。废液应倒在废液桶内(易燃液体除外),固体废物(如废石、棉花等)应倒在垃圾桶内,千万不要倒在水池中,以免堵塞下水道。

7) 实验结束后,请将个人实验台面打扫干净,仪器清洗干净,并放好,拔掉电源插头。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生待做完值日后,再请指导老师检查、签字后方可离开实验室,离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

1.2 有机化学实验室的安全常识

有机化学实验中经常要使用有机试剂和溶剂,这些物质大多数易燃、易爆,并具有一定的毒性,对人体会造成一定伤害,因此,在进行有机化学实验中应该注重防火、防爆、防中毒等问题。同时,还应注意安全用电,并要防止割伤和灼伤事故的发生。



1.2.1 防火

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂时,由于加热方法不正确等,均可引起着火。为了防止着火,在实验中应注意以下几点:

1) 不能用敞口容器加热或放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。如对沸点低于 80°C 的液体,在蒸馏时,应采用水浴加热,不能直接加热。

2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出。

3) 易燃、易挥发的废物,不得将其倒入废液缸和垃圾桶中。量大时,应专门回收处理;量小时,可倒入水池用水冲走,但与水发生猛烈反应者除外。

4) 实验室内不得存放大量易燃、易挥发性物质。

5) 装有煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气。

6) 一旦着火,应沉着镇静地及时采取正确措施,控制火势的扩大。第一,立即切断电源,移走易燃物。第二,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不能使用水进行扑救,因为一般有机物不溶于水或遇水可发生更强烈的反应而引起更大的事故。火势较小时,可用湿布或石棉布盖熄;火势较大时,应用灭火器扑救。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准着火点,将上手柄压下,干粉即可喷出。

二氧化碳灭火器也是有机实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。

虽然四氯化碳和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能。但四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸;泡沫灭火器则会喷出大量的泡沫而造成严重污染,给后继处理带来麻烦。因此,这两种灭火器一般不用。无论使用哪一种灭火器,都是从火的周围开始向中心扑灭。

当地面或桌面着火时,还可用沙子扑救,但容器内着火不易使用沙子扑救。身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快),尽快将火焰扑灭,千万不要在实验室内乱跑,以免引发更大的火灾。

1.2.2 防爆

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有两种情况:

1) 某些化合物容易发生爆炸。如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸;含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险;乙醇和浓硝酸混合在一起,也会引起极强烈的爆炸。

2) 仪器安装不正确或实验操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时,实验装置被堵塞;减压蒸馏时,使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

1) 使用易燃易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。

2) 反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采用冷却措施。



3) 在使用玻璃仪器组装实验装置之前,应先检查玻璃仪器是否有破损。

4) 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应的实验,要经常检查反应装置是否被堵塞。若发现堵塞应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续加热或反应。

5) 减压蒸馏时,不能使用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。

6) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

1.2.3 防中毒

大多数化学药品具有一定的毒性。发生中毒主要是人通过呼吸道和皮肤接触有毒物品从而对人体造成危害。因此预防中毒应做到:

1) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触药品,尤其是有毒药品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行或加尾气吸收装置,并戴好防护用品。尽可能避免气体外逸,以免造成污染。

3) 若发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送往医院。

1.2.4 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤后应按下列要求及时处理:

1) 被碱灼伤时,先用大量的水冲洗,再用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

2) 被酸灼伤时,先用大量的水冲洗,然后用1%的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。

3) 被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,再用医用酒精或2%的硫代硫酸钠溶液擦洗,洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

4) 被热水烫伤后一般在患处涂上万花油,然后搽烫伤膏。

5) 以上这些物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量的水冲洗,并及时去医院治疗。

1.2.5 防割伤

有机实验中主要使用玻璃仪器。在使用时,最基本的原则是不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远。尤其是插入温度计时,要特别小心。

2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利,使用前,应先将断口处用火烧至熔化或用砂轮打磨,使其成光滑状。

发生割伤后,应先将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包扎伤口。若割破静(动)脉血管,流血不止,应先止血。具体方法是:在伤口



上方 5 ~ 10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送往医院处理。

实验室应备有急救药品,如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1% ~ 2% 的乙酸或硼酸溶液、1% 的碳酸氢钠溶液、2% 的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、龙胆紫、凡士林等。还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

1.2.6 用电安全

进入实验室后,应先了解水、电、气的开关位置,而且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与电源插座连接好,然后再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前,应检查线路是否连接正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,然后拔去插头。

1.3 有机化学实验中常用的玻璃仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器,可分为普通玻璃仪器及标准磨口仪器两类。普通玻璃仪器有烧杯、锥形瓶、吸滤瓶、玻璃漏斗、布氏漏斗、分液漏斗、量筒等,如图 1-1 所示;标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口烧瓶、分液漏斗、滴液漏斗、冷凝管、蒸馏头、接引管等。

1.3.1 普通玻璃仪器

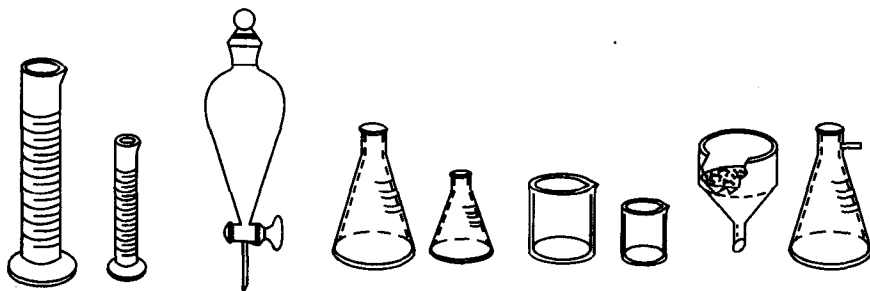


图 1-1 普通玻璃仪器

1.3.2 标准磨口仪器

在有机化学实验及有机半微量分析、制备及分离中,常用带有标准磨口的玻璃仪器,总称为标准磨口仪器。常用标准磨口仪器的形状、用途与普通仪器基本相同,只是具有国际通用的标准磨口和磨塞。标准磨口仪器如图 1-2 所示。

标准磨口仪器根据容量的大小及用途用不同编号标识,按磨口最大端直径的毫米数分为 10、14、19、24、29、34、40、50 等八种。也有用两个数字表示磨口大小的,如 10/19 表示此磨口最大直径为 10mm,磨口面直径长度为 19mm。相同编号的磨口和磨塞可以紧密相接,因此可按需要选配和组装各种形式的配套仪器进行实验。这样既可免去配塞子及钻孔等手续,又能避免反应物或生成物被软木塞或橡皮塞所玷污。



使用标准磨口仪器时必须注意以下事项:

1) 磨口处必须洁净,若粘有固体物质,则使磨口对接不紧密,导致漏气,甚至损坏磨口。

2) 用后应拆卸洗净,否则放置后磨口连接处常会粘住,难以拆开。

3) 一般使用时磨口无须涂润滑剂,以免玷污反应物或生成物。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住,无法拆开。

4) 安装时,应注意磨口编号,装配要正确、整齐,使磨口连接处不受应力,否则仪器易折断或破裂,特别在受热时,应力更大。

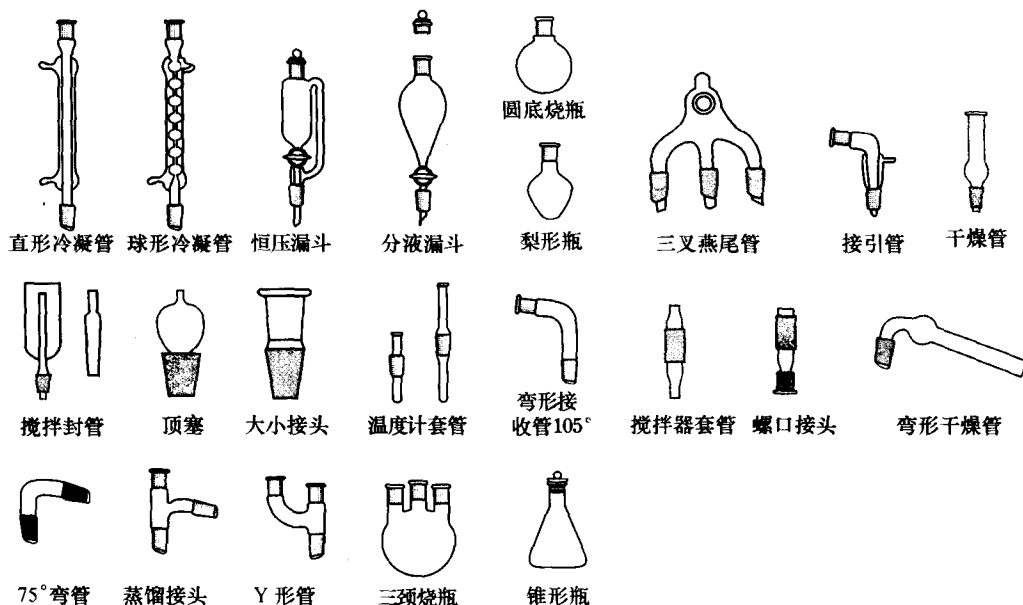


图 1-2 常用的标准磨口仪器

1.4 有机化学实验中常用反应装置

在进行有机化合物的反应时,常用的典型实验装置如图 1-3、图 1-4、图 1-5、图 1-6 所示。加热、冷却和搅拌(或振荡)是促进或控制反应的常用手段。

1.4.1 回流冷凝装置

在室温下,有些化学反应速度很慢或难以进行。为了使反应尽快地进行,常常需要使反应物在较长时间内保持沸腾。在这种情况下,就需要使用回流冷凝装置,使蒸气不断地在冷凝管内冷凝而返回反应容器中,以防止反应瓶中物质逃逸损失。图 1-3(a)和图 1-4(a)是最简单的回流冷凝装置。在化学实验中,将反应物质放在圆底烧瓶中,在适当的热源上或热浴中加热。直立的冷凝管夹套中自下至上通入冷水,使夹套充满水,水流速度不必很快,能保持蒸气充分冷凝即可。加热的程度也需控制,使蒸气上升的高度不

超过冷凝管的 $1/3$ 。

如果反应物为易潮物质,可在冷凝管上端口装接氯化钙干燥管来防止空气中的湿气侵入,见图 1-3(b)、1-4(b)。如果反应时会放出有害气体(如溴化氢),可加接气体吸收装置,见图 1-3(c)、1-4(c)。

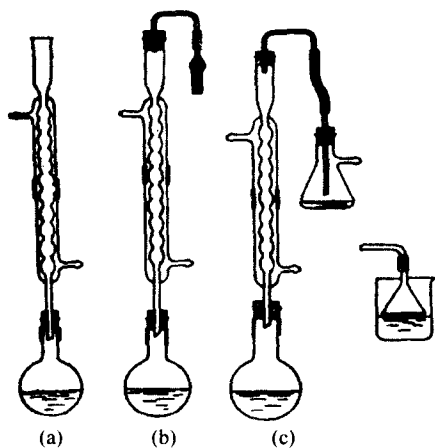


图 1-3 回流冷凝装置

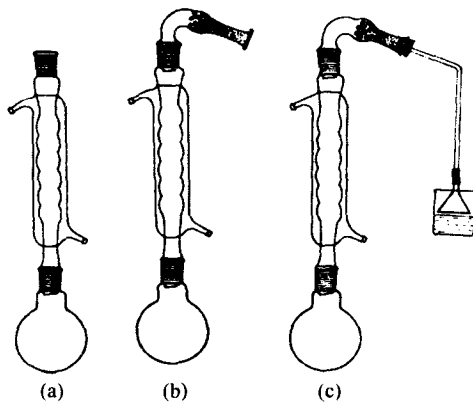


图 1-4 回流冷凝装置(标准磨口仪器)

有些反应进行剧烈,发热很多,如将反应物一次加入,会使反应失去控制,在这种情况下,可采用带滴液漏斗的回流冷凝装置,如图 1-5、1-6,将一种试剂逐滴滴加进去。还可根据需要,在烧瓶外面用冷水浴或冰浴进行冷却。



图 1-5 回流滴加装置

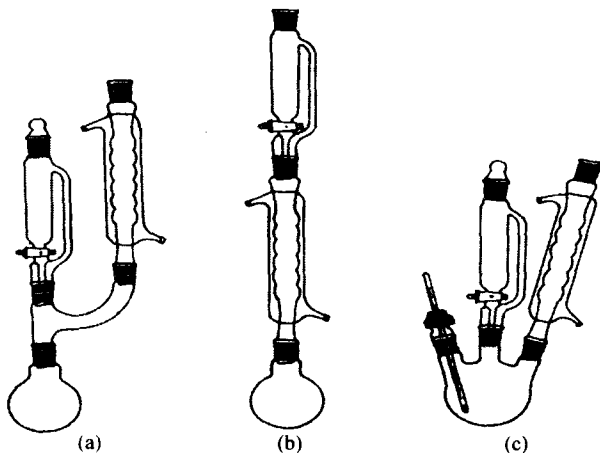


图 1-6 回流冷凝装置(标准磨口仪器)

在装配实验装置时,使用的玻璃仪器和配件应该是洁净干燥的。圆底烧瓶或三口烧瓶的大小应使反应物占烧瓶容量的 $1/3 \sim 1/2$,最多不超过其容量的 $2/3$ 。首先将烧瓶固定在合适的高度(下面可放置加热设备),然后逐一安装上冷凝管及其他配件。固定大的仪器应用夹子牢固地夹住,不宜太松或太紧。金属夹子不可与玻璃直接接触,而应套上



橡皮管、粘上石棉垫或缠上石棉绳。需要加热的仪器,应夹住仪器受热最少的部位,如圆底烧瓶靠近瓶口处,冷凝管则应夹住其中央部位。

非磨口仪器和配件常用软木塞(或橡皮塞)连接。将温度计或玻璃管(蒸馏烧瓶的支管、冷凝管的下端、滴液漏斗的茎)插入塞孔时,见图1-7,可先用水或甘油润湿玻璃管插入的一端,然后一手持塞子,一手捏着玻璃管靠近塞子的部位,逐渐旋转插入。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割伤手;更不可捏在弯曲处,该处容易折断。从塞孔中拔出玻璃管时应遵循同样的规则。

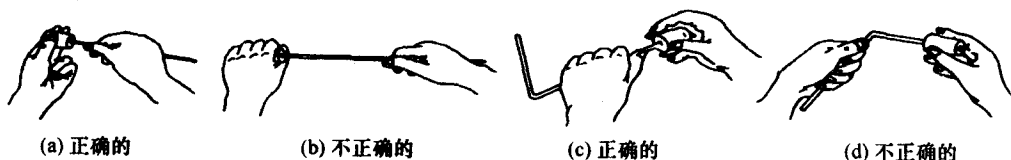


图1-7 玻璃管插入塞子示意图

1.4.2 振荡和搅拌

用固体和液体或互不相溶的液体进行反应时,为了使反应混合物能充分接触,应该进行一定强度的搅拌或振荡。在反应物量小,反应时间短,而且在不需加热或温度不太高的操作中,用手摇动容器就可达到充分混合反应物的目的。用回流冷凝装置进行反应时,有时需作间歇的振荡。这时可将固定烧瓶和冷凝管的夹子暂时松开,一只手扶住冷凝管,另一只手握住瓶颈作圆周运动;每次振荡后,应把仪器重新夹好。也可用振荡整个铁台的方式(此时夹子应夹牢),使器内的反应物充分混合。

在那些需要较长时间进行搅拌的实验中,最好使用电动搅拌器或电磁搅拌器。它们搅拌的效率高,节省人力,还可以缩短反应时间。

图1-8和图1-9是适合不同需要的机械搅拌装置。在装配机械搅拌装置时,可采用简单的橡皮管密封,见图1-8(a)或液封管,见图1-9(b)。搅拌棒与玻璃管或液封管应配合适当,不太松也不太紧,搅拌棒能在中间自由地搅拌。用普通玻璃仪器时,装配封管的软木塞的孔必须钻得笔直,根据搅拌棒的长度(不宜太长)选定三口烧瓶和电动搅拌器的位置。先将搅拌器固定好,用短橡皮管(或连接器)把已插入封管中的搅拌棒连接到搅拌器上,然后

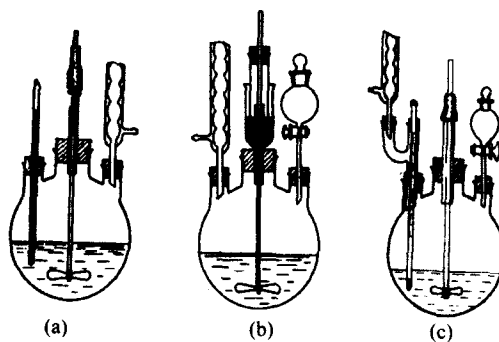


图1-8 机械搅拌装置

小心地将三口烧瓶套上去,至搅拌棒的下端距瓶底约5mm,将三口烧瓶夹紧。检查这几件仪器安装得是否竖直,即搅拌器的轴和搅拌棒应在同一直线上。用手转动搅拌棒判断其是否灵活,再以低速开动搅拌器试验运转情况。当搅拌棒与封管之间不发出摩擦声时才能判断仪器装配合格,否则需要进行调整。最后装上冷凝管、滴液漏斗(或温度计),用

夹子夹紧。整套仪器应安装在同一铁架台上。

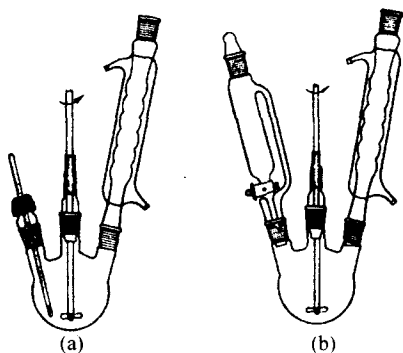


图 1-9 机械搅拌装置(标准磨口仪器)

用橡皮管密封时,在搅拌棒和紧套的橡皮管之间应用少量凡士林或甘油润滑。用液封管时,可在封管中装液体石蜡或甘油。

1.4.3 其他反应装置

进行某些可逆平衡性质的反应时,为了使正反应进行到底,可将反应产物之一不断从反应混合物体系中除去。图 1-10 和图 1-11 所示装置是常用来进行这种操作的实验装置。在图 1-10 的装置中反应产物可单独或形成恒沸物不断在反应过程中蒸馏出去,并可通过滴液漏斗将一种试剂滴加进去以控制反应速度或使这种试剂反应完全。图 1-11 所示的装置中,有一个分水器,回流下来的蒸气冷凝液进入分水器,分层后有机层自动被送回烧瓶,而生成的水可从分水器放出去。这样可使某些生成水的可逆反应进行到底。

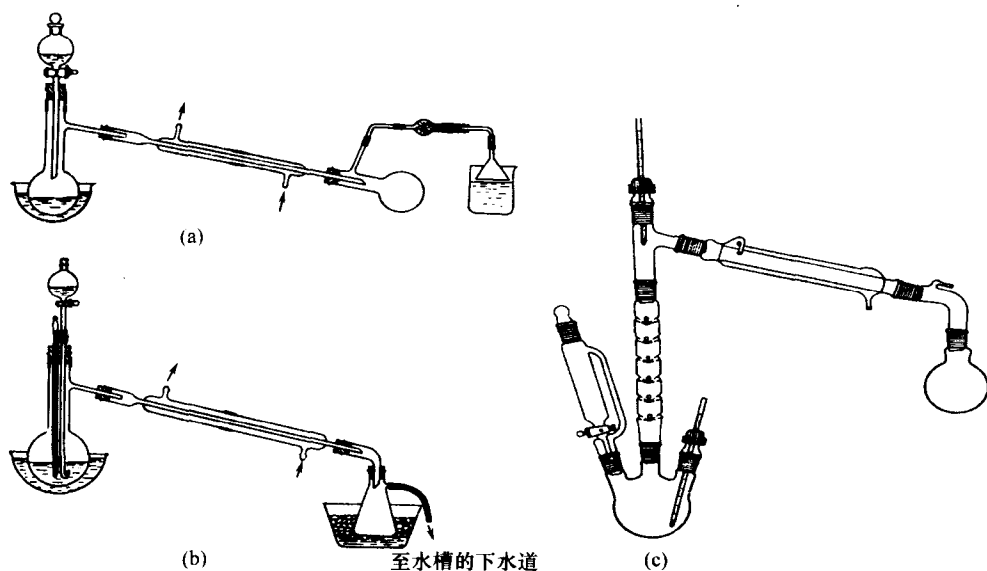


图 1-10 滴加和蒸出反应装置

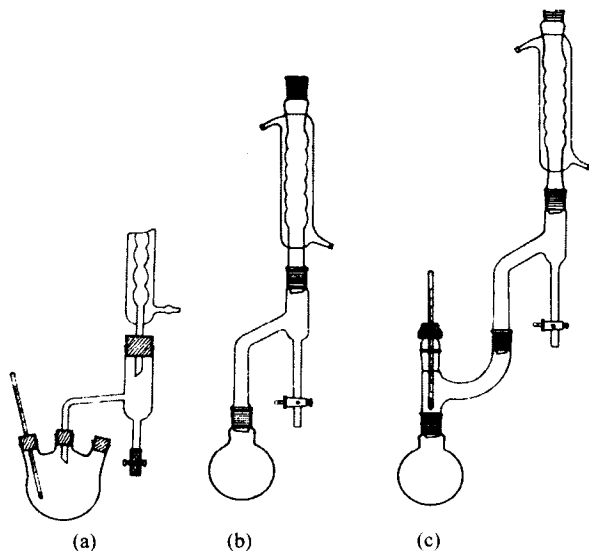


图 1-11 回流分水装置

1.4.4 热浴

玻璃仪器和烧瓶、烧杯应放在石棉网上加热；如果直接用火加热，仪器容易受热不均而破裂。如果要控制加热的温度，增大受热面积，使反应物质受热均匀，避免局部过热而分解，最好用适当的热浴加热。

1) 水浴加热。加热温度不超过 100°C 时，最好用恒温水浴锅水浴加热。加热温度在 90°C 以下时，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），调节温度开关，把水温控制在需要的范围以内。如欲停止加热，只需关闭电源，容器的温度就会很快下降。

2) 油浴加热。加热温度在 100°C 以上至 250°C 以下时，可用油浴加热。加热时应配合使用温控器来控制温度，其优点在于温度容易控制在一定范围内且受热均匀。容器内反应物的温度一般要比油温低 20°C 左右。常用的油类有液体石蜡、植物油、硅油等。植物油加热不宜超过 200°C ，液体石蜡可加热到 220°C ，硅油则可加热到 250°C 。油浴加热时要特别注意安全。

1.4.5 蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体和除去有机溶剂的常用方法。图 1-12 所示的是几种常用的蒸馏装置，可用于不同要求的实验。图 1-12(a) 是最常用的蒸馏装置。由于这种装置出口处可能逸出馏液蒸气，故不能用于易挥发的低沸点液体的蒸馏。图 1-12(b) 是可防潮的蒸馏装置。图 1-12(c) 是应用空气冷凝管的蒸馏装置，常用于蒸馏沸点在 140°C 以上的液体。若使用直形水冷凝管，由于液体蒸气温度较高而会使冷凝管炸裂。图 1-12(d) 是直接从反应瓶中进行蒸馏并可防潮的装置。图 1-12(e) 为可蒸除大量溶剂的装置，由于液体可自滴液漏斗中不断地加入，同时可调节滴入和蒸出的速度，因此可避免使用较大的蒸馏瓶。图 1-12(b) 和图 1-12(e) 的接收装置可用于接收易挥发



的低沸点易燃溶剂。应指出图 1-12(a) ~ (e) 中的接收部分虽然不一样,但可根据具体情况而互相调换,其中的抽滤瓶亦可换成蒸馏瓶。

图 1-13 中(a)和(b)为标准磨口玻璃仪器的一般蒸馏装置,(c)为减压蒸馏装置,适用于在常压蒸馏时易分解、氧化、聚合等物质的蒸馏。

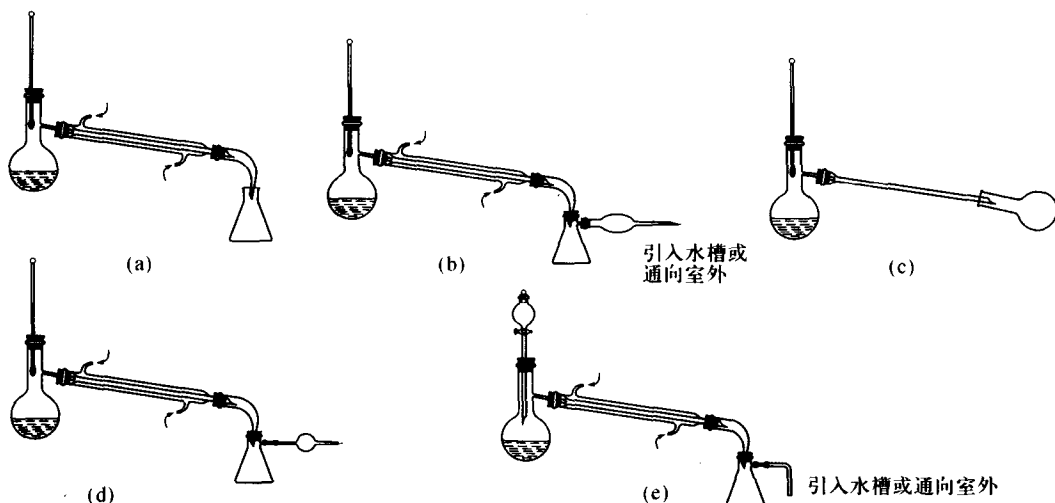


图 1-12 普通玻璃仪器蒸馏装置

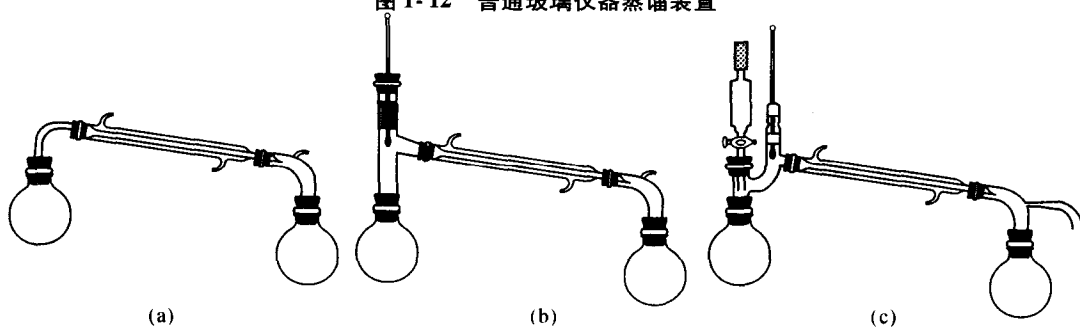


图 1-13 标准磨口玻璃仪器的一般蒸馏装置

1.5 塞子钻孔和玻璃管的简单加工

1.5.1 实验目的

练习塞子的钻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,常常要用到各种不同规格和形状的玻璃管及塞子等配件,才能将各种玻璃仪器正确地装备起来。因此,掌握玻璃管的简单加工和塞子的选用及钻孔方法,是进行有机化学实验必不可少的基本操作。

1.5.2 操作步骤

(1) 塞子钻孔

有机化学实验中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化合物发生反应,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



易被有机物所侵蚀或溶胀。两种塞子各有优缺点,究竟选用哪一种塞子合适要视具体情况而定,一般而言,比较多地使用软木塞,因为在有机化学实验中接触的主要是有机化合物。无论使用哪一种塞子,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。选择一个大小合适的塞子,是使用塞子的起码要求,总的要求是塞子的大小应与仪器的口径相适合,塞子进入瓶颈的部分不能少于塞子本身高度的 $1/2$,也不能多于 $2/3$,否则,就不适用。使用新的软木塞时只要能塞入 $1/3 \sim 1/2$ 时就可以了,因为经过压紧后就能塞入 $2/3$ 左右了。

2) 钻孔器的选择。有机化学实验中往往需要在塞子内插入导气管、温度计、滴液漏斗等,这就是为何要在塞子上钻孔的原因。钻孔用的工具叫钻孔器(也称作打孔器),这种钻孔器是靠手来钻孔的。也有把钻孔器固定在简单的机械上,借助机械外力来钻孔的,这种机械叫打孔机。每套钻孔器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仪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。总之,塞子孔径的大小,应能使插入的玻璃管等紧密地贴合固定为度。

3) 钻孔方法。软木塞在钻孔之前,需在压塞机上压紧,防止在钻孔时塞子破裂。首先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。钻孔时,左手持紧塞子平稳放在木板上,右手握住钻孔器的柄,在预定好的位置上,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,钻出的孔道是偏斜的。当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。拔出钻孔器的方法是将钻孔器边转动边往外拔。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,特别是钻橡皮塞孔时,可在钻孔器的刀口上涂上甘油或液体石蜡。

钻孔后,要检查孔道是否合用,如果不费力气就能插入玻璃管时,这说明孔道过大,玻璃管和塞子之间不够紧密贴切会漏气,不能用。若孔道略小或不光滑时,可用圆锉修整。

(2) 玻璃管的简单加工

1) 玻璃管的截断。玻璃管的截断基本操作有两个步骤:第一步是锉痕,第二步是折断。锉痕使用的工具是小三角钢锉。锉痕的具体操作是:把玻璃管平放在桌子的边缘上,左手的拇指按住玻璃管要截断的地方,右手执小三角钢锉,把小三角钢锉的棱边放在要截断的地方,朝一个方向用力锉出一稍深的锉痕(若锉痕不够深或不够长时,可以按如上方法补锉),锉痕约占管周的 $1/6$,锉痕时只向一个方向即向前或向后锉去,切忌往复拉锉。当锉出了凹痕之后,下一步就是把玻璃管折断。两手拇指顶住锉痕的背面,轻轻向前推,同时用力向外拉,玻璃管就会在锉痕处平整地断开。也可在锉痕处稍涂点水,这样就会大大降低玻璃的强度,折断时更容易。为了安全起见,折断玻璃管时,手上可垫块布,推拉时应离眼睛稍远些,以免玻璃碎粒伤人。对于较粗的玻璃管,或者需在玻璃管的近端处进行截断的玻璃管,可利用玻璃管骤然受热或遇冷易裂的性质,使其断裂。玻璃管的断口很锋利,容易划破皮肤,又不易插入塞子的孔道中,所以要及时把断口在灯焰上烧平滑。