

教育部世行贷款21世纪初高等教育教学改革项目研究成果

高等学校教材

# 有机精细化学品合成 及应用实验

► 张友兰 主编



化学工业出版社

教材出版中心

教育部世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目研究成果

高等学校教材

# 有机精细化学品合成及应用实验

张友兰 主编



化学工业出版社  
教材出版中心

· 北京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

有机精细化学品合成及应用实验/张友兰主编. —北京:  
化学工业出版社, 2005. 2  
高等学校教材  
ISBN 7-5025-6542-6

I. 有… II. 张… III. ①精细化工-化工产品-有机合成-高等学校-教材②精细化工-化工产品-实验-高等学校-教材 IV. TQ072

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 137190 号

---

教育部世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目研究成果

高等学校教材

有机精细化学品合成及应用实验

张友兰 主编

责任编辑: 何 丽

文字编辑: 林 媛

责任校对: 陈 静 边 涛

封面设计: 潘 峰

\*

化学工业出版社  
教材出版中心 出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

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

\*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印刷

三河市前程装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 18 $\frac{3}{4}$  字数 365 千字

2005 年 2 月第 1 版 2005 年 2 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-6542-6/G·1668

定 价: 32.00 元

---

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

# 前 言

精细化工在化学工业中所占的比重越来越大，精细化工产品已经成为工农业生产、国防工业以及新技术、新材料的开发和研究领域不可缺少的物质基础。为适应国民经济的发展对精细化工人才的迫切需要，许多高校开设了精细化工专业方向。由于精细化工包括的类别相当广泛，造成各院校的专业方向差异较大，缺乏适用的教材。目前国内正式出版的精细化工实验方面的教材，大都偏重于各院校自己的专业方向，而使内容不够全面。因此，更需要编写一本综合性较强、应用范围较广的实验教材。

精细化工实验是精细化工专业方向的学生的必修实验课，亦是对其他相关化工工艺类专业很有价值的实验选修课。通过本实验课的训练，可使学生掌握精细化工专业的实验操作技能，提高和增强学生解决实际问题的能力，培养学生的创新能力，加深对所学理论知识的理解和掌握，为将来从事精细化工产品的研究、开发和生产奠定坚实的实验基础。

本书是在天津大学唐培堃教授编写的《精细有机合成化学与工艺学》的基础上编写而成。全书共分十章，约 140 个实验。包括精细化工实验基本操作与技术，精细有机合成单元反应，医药中间体，表面活性剂，助剂，染料、颜料，涂料，日用化学品，香精、香料，催化剂等方面的内容。实验注重综合性、系统性、广泛性和通用性。实验难易程度不同，各类院校可根据教学情况选择。

本书既可作为高等院校精细化工专业方向本科生的实验教材，也可作为其他化工类的本科生的选修教材，还可作为广大从事精细化工产品的研究、开发、生产人员的参考书。

本书由张友兰主编，并编写了第一章、第二章、第四章、第六章、第八章和附录；第五章、第七章、第九章、第十章由张天永教授编写；第三章由孟舒献副教授编写。

鉴于精细化学品的合成及应用涉及面广、品种繁多，理论研究和应用技术发展迅速，文献资料极多。限于作者的水平，书中定有不妥或谬误之处，恳请读者批评指正。

编者

于天津大学

2004 年 10 月

## 内 容 提 要

本书作为高校精细化工专业方向的实验课教材，编写了有关精细有机合成单元反应实验以及与精细化工相关的各个方面的精细化学品的合成及应用实验。介绍了产品的性质、用途、反应原理及一些分析方法等。作为实验教材，每个实验均有思考题。

全书共分十章，介绍了约 140 个实验，涉及精细化工实验基本操作与技术，精细有机合成单元反应，医药中间体，表面活性剂，助剂，染料、颜料，涂料，日用化学品，香精、香料，催化剂等方面的内容。所选实验难易程度不同，便于各类院校选用。

本书可作为高等院校精细化工专业方向、化工及相关专业的实验教材，也可作为从事精细化工领域科研、开发、生产的技术人员的参考书。

# 目 录

<b>第一章 精细化工实验基本知识及实验技术</b> .....	1
<b>第一节 精细化工实验基本知识</b> .....	1
一、实验室消防知识与安全用电 .....	1
二、实验室环保知识 .....	2
三、事故预防和处理 .....	2
<b>第二节 精细化工实验课的要求</b> .....	2
一、实验室一般注意事项 .....	2
二、实验要求 .....	3
<b>第三节 精细化工实验技术</b> .....	3
一、加热 .....	3
二、冷却 .....	4
三、回流 .....	4
四、蒸馏与精馏 .....	4
五、分水 .....	8
六、重结晶与升华 .....	8
七、干燥 .....	10
八、过滤与离心技术 .....	14
九、萃取 .....	17
十、气体的导入与计量 .....	19
十一、熔点、沸点及凝固点的测定 .....	23
<b>第二章 精细有机中间体合成</b> .....	27
<b>实验 1 2,6-二氯-4-硝基苯胺的制备</b> .....	27
<b>实验 2 对氯苯甲醛的制备</b> .....	29
<b>实验 3 2,6-二溴-4-硝基苯胺的制备</b> .....	30
<b>实验 4 对硝基甲苯邻磺酸的制备</b> .....	32
<b>实验 5 苯胺-2,5-双磺酸的制备</b> .....	33
<b>实验 6 4-氨基-2-硝基苯甲醚的制备</b> .....	34
<b>实验 7 对硝基邻甲苯胺的制备</b> .....	36
<b>实验 8 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的制备</b> .....	37
<b>实验 9 对氨基苯甲醛的制备</b> .....	39
<b>实验 10 邻氨基苯磺酚的制备</b> .....	41
<b>实验 11 对硝基苯甲醛的制备</b> .....	42
<b>实验 12 2,3-二氯-1,4-萘醌的制备</b> .....	44
<b>实验 13 间氟甲苯的制备</b> .....	45
<b>实验 14 苯基甲硫醚的制备</b> .....	46

实验 15	邻氯苯磺酰氯的制备 .....	47
实验 16	对氯邻硝基苯胺的制备 .....	48
实验 17	氨基乙酸的制备 .....	49
实验 18	间甲基苯甲醚的制备 .....	50
实验 19	2-甲巯基-4-羟基-5-甲氧基嘧啶的制备 .....	51
实验 20	4-氨基-2,6-二甲氧基嘧啶的制备 .....	52
实验 21	N-(3-羟基-2-萘甲酰基)苯胺 (色酚 AS) 的制备 .....	54
实验 22	对氨基苯磺酰胺的制备 .....	55
实验 23	乙酸三氯甲基苯甲酯的制备 .....	58
实验 24	苯丙烯醛的制备 .....	59
实验 25	2-氯蒽醌的制备 .....	60
实验 26	1,4-二羟基蒽醌的制备 .....	61
实验 27	4-甲基-2-氨基噻唑的制备 .....	62
实验 28	2-氨基-4,6-二甲基嘧啶的制备 .....	64
实验 29	5-氨基-3,4-二甲基异噻唑的制备 .....	65
实验 30	对乙酰氨基苯磺酰氯的制备 .....	66
实验 31	2,4-二硝基苯酚的制备 .....	67
<b>第三章</b>	<b>医药中间体的合成 .....</b>	<b>69</b>
实验 32	扁桃酸的制备 .....	69
实验 33	水杨酸的制备 .....	70
实验 34	糠氯酸的制备 .....	71
实验 35	N-甲基哌嗪盐酸盐的制备 .....	72
实验 36	美多心安的制备 .....	72
实验 37	4-氟尼古丁酸的制备 .....	74
实验 38	苯丙酮的制备 .....	75
实验 39	2-氨基-4(2'-呋喃)噻唑的制备 .....	76
实验 40	依那普利中间体的合成 .....	77
实验 41	4-羟基-1,5-萘啶-3-羧酸的制备 .....	78
实验 42	乙哌立松盐酸盐的制备 .....	79
实验 43	8-羟基喹啉的制备 .....	79
实验 44	氨基苯酸的制备 .....	80
实验 45	邻丙氧基苄脒盐酸盐的合成 .....	81
实验 46	2-氨基噻唑啉的合成 .....	82
实验 47	乙酸丁酯的制备 .....	83
实验 48	咪唑的制备 .....	84
实验 49	抗癩灵的制备 .....	85
实验 50	平痛新的制备 .....	86
实验 51	妥拉唑啉的制备 .....	87
<b>第四章</b>	<b>表面活性剂 .....</b>	<b>89</b>
实验 52	十二烷基苯磺酸钠的制备 .....	89

实验 53	脂肪醇聚氧乙烯醚的合成 .....	90
实验 54	脂肪酸二乙醇酰胺的合成 .....	92
实验 55	十二烷基二甲基苄基氯化铵的合成 .....	93
实验 56	十二烷基二甲基甜菜碱的合成 .....	94
实验 57	阴离子表面活性剂的定量分析 .....	96
实验 58	非离子表面活性剂的定量分析 .....	97
实验 59	显色法鉴别表面活性剂的类型 .....	98
实验 60	表面活性剂溶液临界胶束浓度的测定 .....	100
实验 60-1	表面张力法测定表面活性剂临界胶束浓度 .....	100
实验 60-2	电导法测定表面活性剂临界胶束浓度 .....	102
实验 60-3	染料法测定表面活性剂临界胶束浓度 .....	104
实验 61	酸值、碘值、皂化值的测定 .....	105
实验 61-1	酸值的测定 .....	106
实验 61-2	碘值的测定 .....	106
实验 61-3	皂化值的测定 .....	107
实验 62	乳化力的测定——比色法 .....	108
实验 63	乳状液的制备和性质 .....	110
<b>第五章</b>	<b>助剂的合成 .....</b>	<b>115</b>
实验 64	101 交联剂 H 的合成 .....	115
实验 65	织物低甲醛耐久整理剂 2D 的合成 .....	116
实验 66	织物防皱防缩整理剂 UF 的合成 .....	117
实验 67	增塑剂——邻苯二甲酸二丁酯的合成 .....	118
实验 68	阻燃剂——四溴双酚 A 的合成 .....	119
实验 69	阻燃剂——十溴联苯醚的合成 .....	121
实验 70	抗氧剂 264 的合成 .....	122
实验 71	抗氧剂——双酚 A 的合成 .....	123
实验 72	极压添加剂——二苯甲基二硫化物的合成 .....	124
实验 73	缓蚀剂——苯并三氮唑的合成 .....	125
实验 74	抗爆剂——甲基叔丁基醚的合成 .....	126
实验 75	清净分散剂——十二烷基煤焦油酚曼尼希碱的制备 .....	127
实验 76	抗磨液压油添加剂——二异丙基二硫代磷酸锌的合成 .....	129
实验 77	石油钻井液助剂——腐殖酸钾的制备 .....	130
实验 78	混凝土减水剂——磺化腐殖酸钠的制备 .....	131
实验 79	采油助剂——聚丙烯酰胺的合成及水解度测定 .....	132
实验 80	苯乙烯-马来酸酐共聚物的部分酯化物的合成及应用 .....	134
实验 81	水质稳定剂——低分子量聚丙烯酸(钠盐)的合成与分析 .....	136
实验 82	水质稳定剂——羟基亚乙基二磷酸的合成 .....	138
实验 83	食品防腐剂——苯甲酸的合成 .....	139
实验 84	防腐剂——对羟基苯甲酸正丁酯的合成 .....	140
实验 85	颜料分散剂——铜酞菁衍生物的合成及应用 .....	141



实验 86	甜味剂——糖精钠的合成	143
实验 87	食品色素——苋菜红的合成	146
<b>第六章</b>	<b>染料和颜料的合成</b>	<b>149</b>
一、	染料	149
二、	有机颜料	149
三、	有机颜料应用性能与评价	150
实验 88	酸性纯天蓝 A 的制备	152
实验 89	弱酸性黑 BR 的制备	154
实验 90	活性艳红 X-3B 的制备	157
实验 91	活性艳红 K-2BP 的制备	161
实验 92	活性黑 KN-B 的制备	163
实验 93	分散蓝 2BLN 的制备	165
实验 94	分散大红 S-BWFL 的制备	169
实验 95	直接冻黄 G 的制备	171
实验 96	直接耐晒蓝 RGL 的制备	173
实验 97	阳离子翠蓝 GB 的制备	176
实验 98	还原黄 FG 的制备	179
实验 99	联苯胺黄 G 的制备	182
实验 100	永固红 2B 的制备	184
实验 101	颜料红 254 的制备	186
实验 102	酞菁绿 G 的制备	187
实验 103	荧光增白剂 VBL 的制备	189
<b>第七章</b>	<b>涂料的制备</b>	<b>192</b>
实验 104	醇酸树脂漆——中油度红色醇酸树脂漆的制备	192
实验 105	氨基树脂漆——氨基醇酸树脂磁漆的制备	194
实验 106	环氧树脂漆——环氧酚醛清漆的制备	195
实验 107	丙烯酸酯漆——白色热固性丙烯酸酯烘漆的制备	197
实验 108	乳胶漆——醋酸乙烯乳胶漆的制备	198
实验 109	聚氨酯涂料——聚氨酯乳液涂料的制备	199
<b>第八章</b>	<b>日用化学品的配制</b>	<b>202</b>
实验 110	液体洗涤剂的配制	202
实验 111	沐浴液的配制	205
实验 112	洗发香波的配制	206
实验 113	发用凝胶的配制	209
实验 114	润肤露的配制	211
实验 115	面膜的配制	213
实验 116	防晒霜的配制	215
实验 117	洁齿制品的制备	218
实验 118	洗洁精的配制	220
实验 119	液体鞋油的配制	222

<b>第九章 香料的合成及香精的配制</b> .....	224
实验 120 香兰素的合成 .....	224
实验 121 香蕉水的合成 .....	226
实验 122 苯甲醇的合成 .....	227
实验 123 肉桂酸的合成 .....	228
实验 124 苯乙酮的制备 .....	229
实验 125 乙酸苄酯的制备 .....	231
实验 126 $\beta$ -萘甲醚的合成 .....	232
实验 127 香豆素的合成 .....	234
实验 128 食用橘子油香精的配制 .....	235
实验 129 食用樱桃香精的配制 .....	236
实验 130 二苯甲烷的合成 .....	237
实验 131 $\beta$ -萘乙醚的制备 .....	237
实验 132 吡啶的合成 .....	238
实验 133 溴代苏合香烯 .....	240
<b>第十章 催化剂的制备</b> .....	242
实验 134 加氢还原催化剂——钨/炭载体催化剂的制备 .....	242
实验 135 油脂氢化催化剂的制备 .....	244
实验 136 纳米尺寸 $\text{TiO}_2$ 胶体光催化剂的制备 .....	245
实验 137 载体 $\text{TiO}_2$ 光催化剂的制备 .....	247
实验 138 骨架镍催化剂的制备 .....	248
实验 139 均相加氢催化剂——威尔金森催化剂的制备 .....	250
附录 1 常用酸、碱、盐溶液的浓度与密度 .....	252
附录 2 指示剂 .....	259
附录 3 常用试纸的制备 .....	263
附录 4 常用稀酸、稀碱的配制 .....	265
附录 5 常用洗液的配制 .....	266
附录 6 气体吸收剂 .....	267
附录 7 密度-波美度换算表 .....	268
附录 8 表面活性剂的临界胶束浓度 (CMC) .....	270
附录 9 不同温度时某些液体的表面张力 .....	276
附录 10 彼此互相饱和时两种液体的界面张力 .....	277
附录 11 滴体积法测定表面张力的校正因子 $F$ 值 .....	277
附录 12 环法测定表面张力的校正因子 $F$ 值 .....	279
附录 13 某些表面活性剂的 HLB 值 .....	282
附录 14 不同温度时 $\text{KCl}$ 水溶液的电导率 .....	283
附录 15 缓冲溶液 .....	283
附录 16 禁用染料品种 .....	284
附录 17 某些颜料品种的比表面积 .....	285
<b>参考文献</b> .....	287

# 第一章 精细化工实验基本知识及实验技术

## 第一节 精细化工实验基本知识

### 一、实验室消防知识与安全用电

#### 1. 实验室消防

实验室常用的消防器材包括以下几种。

(1) 灭火砂箱 用于扑灭易燃液体和其他不能用水灭火的危险品引起的火灾。砂子能隔断空气并起到降温作用而灭火，但砂中不能混有可燃性杂物，并且要保持干燥。由于砂箱中存砂有限，故只能扑灭局部小规模的火源；大规模火源，可用不燃性固体粉末扑灭。

(2) 石棉布、毛毡或湿布 用于扑灭火源区域不大的火灾，也是扑灭衣服着火的常用方法，通过隔绝空气来达到灭火的目的。

(3) 泡沫灭火器 实验室多使用手提式泡沫灭火器。外壳用薄钢板制成，内有一个盛有硫酸铝的玻璃胆，胆外装有碳酸氢钠和发泡剂（甘草精）。使用时把灭火器倒置，马上有化学反应生成含  $\text{CO}_2$  的泡沫，泡沫黏附在燃烧物体的表面，形成与空气隔绝的薄层而灭火。适用于扑灭实验室的一般火灾，但由于泡沫导电，故不能用于扑救电器设备和电线的火灾。

#### (4) 其他灭火器材

- ① 四氯化碳灭火器，适用于扑灭电器设备火灾；
- ② 二氧化碳灭火器，使用时能降低空气中含氧量，因此要注意防止现场人员窒息；
- ③ 干粉灭火剂，可扑灭易燃液体、气体、带电设备引起的火灾；
- ④ 1211 灭火剂，适用于扑救油类、电器类、精密仪器等火灾。

#### 2. 安全用电常识

电对人的伤害可分为内伤与外伤两种，可单独发生，也可同时发生。

(1) 电伤危险因素 电流通过人体某一部分即为触电。触电是最直接的电气事故，常常是致命的。其伤害程度与电流强度的大小、触电时间以及人体电阻等因素有关。

实验室常用电压为 220~380 V、频率为 50 Hz 的交流电，人体的心脏每跳动一次大约有 0.1~0.2 s 的间歇时间，此时对电流最敏感，因此当电流流过人体脊柱和心脏时危害极大。

人体电阻分为皮肤电阻（潮湿时约为 2000  $\Omega$ ，干燥时约为 5000  $\Omega$ ）和体内电阻（150~500  $\Omega$ ）。随着电压升高，人体电阻相应降低。触电时因为皮肤破裂而使人体电阻骤然降低，通过人体的电流随之增大而危及人的生命。

#### (2) 防止触电注意事项

- ① 电气设备要可靠接地，一般使用三芯插座。

- ② 一般不要带电操作。特殊情况需要时, 必须穿绝缘胶鞋, 戴橡皮手套等防护用具。
- ③ 安装漏电保护装置。一般规定其动作电流不超过 30 mA, 切断电源时间低于 0.1 s。
- ④ 实验室严禁随意拖拉电线。

## 二、实验室环保知识

实验室排放的废液、废气、废渣等虽然数量不大, 但不经过必要的处理直接排放, 会对环境和人身造成危害。要特别注意以下几点:

① 实验室所有药品以及中间产品, 必须贴上标签, 注明名称, 防止误用和因情况不明而处理不当造成事故;

② 绝对不允许用嘴去吸移液管液体以获取各种化学试剂和溶液, 应使用洗耳球等方法吸取;

③ 处理有毒或带刺激性物质时, 必须在通风橱内进行, 防止散逸到室内;

④ 废液应根据物质性质的不同分别集中在废液桶内, 并贴上标签, 以便处理;

**注:** 有些废液不可混合, 如过氧化物和有机物、盐酸等挥发性酸和不挥发性酸、铵盐及挥发性胺与碱等。

⑤ 接触过有毒物质的器皿、滤纸、容器等要分类收集后集中处理;

⑥ 一般的酸碱处理, 必须在进行中和后用水大量稀释, 然后才能排放到下水槽;

⑦ 处理废液、废物时, 一般要戴上防护眼镜和橡皮手套。对兼有刺激性、挥发性的废液处理时, 要戴上防毒面具, 在通风橱内进行。

## 三、事故预防和处理

### 1. 玻璃割伤

如果为一般轻伤, 应及时挤出污血, 并用消毒过的镊子取出玻璃碎片, 用蒸馏水洗净伤口, 涂上碘酒或红汞水, 再用绷带包扎; 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, 立即送医院。

### 2. 酸液或碱液溅入眼中

酸液或碱液溅入眼中应立即用大量水冲洗。若为酸液, 再用质量分数为 1% 的碳酸氢钠溶液冲洗。若为碱液, 则再用质量分数为 1% 的硼酸溶液冲洗, 最后用水洗。重伤者经初步处理后, 立即送医院。

### 3. 溴液溅入眼中

溴液溅入眼中按酸液溅入眼中事故作急救处理后, 立即送医院。

### 4. 皮肤被酸、碱或溴液灼伤

被酸或碱液灼伤时, 伤处首先用大量水冲洗。若为酸液灼伤, 再用饱和碳酸氢钠溶液洗; 若为碱液灼伤, 则再用质量分数为 1% 的醋酸洗。最后都用水洗, 再涂上药品凡士林。被溴液灼伤时, 伤处立刻用石油醚冲洗, 再用质量分数为 2% 的硫代硫酸钠溶液洗, 然后用蘸有油的棉花擦, 再敷以油膏。

## 第二节 精细化工实验课的要求

### 一、实验室一般注意事项

- ① 遵守实验室的各项制度, 听从教师的指导, 尊重实验室工作人员的职权。
- ② 保持实验室的整洁。在整个实验过程中, 保持桌面和仪器的整洁, 保持水槽干净。

不得将废液等倒入水槽。

③ 公用仪器和工具在指定地点使用，公用药品不能任意挪动，要爱护仪器，节约药品。

④ 实验完毕离开实验室时，应关闭水、电、气体、门、窗等。

## 二、实验要求

为了保证实验的顺利进行，以达到预期的目的，要求学生必须做到如下几点。

### 1. 充分预习

实验前要做好预习，并查阅有关手册和参考资料，掌握原料和产品的物性数据，了解实验原理和步骤。

### 2. 认真操作

实验时要认真操作，仔细观察各种现象，积极思考，注意安全，保持整洁。不得脱岗。

### 3. 做好记录

实验过程中，要及时、准确地记录实验现象和数据，以便对实验现象做出分析和解释。切不可在实验结束后补写实验记录。

### 4. 书写报告

实验结束后写出实验报告，实验报告一般应包括：实验日期、实验名称、仪器药品、反应原理、操作步骤、结果与讨论、意见和建议等。报告应力求条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。

## 第三节 精细化工实验技术

### 一、加热

在室温下，某些反应难于进行或反应速率很慢。为了加快反应速率，通常需要加热。有机物质的蒸馏、升华等也需要加热。下面介绍几种最常用的加热方法。

#### 1. 电炉加热

物料盛在金属容器或坩埚中时，可用电炉直接加热容器。玻璃仪器则需放置石棉网加热，这种加热方式的缺点是：受热不均匀，并可使部分物料由于局部过热而分解。所以，通常不采用这种方法。

#### 2. 电热煲加热

电热煲使用安全方便，温度可控（室温~300℃），加热均匀，是精细化工实验室最常用的加热设备。使用方法可参照说明书操作。常用于加热、保温、回流。

#### 3. 油浴加热

加热温度在100~250℃时，可以用油浴。油浴的优点在于温度容易控制在一定范围内，容器内的反应物受热均匀。油浴的温度应比容器内反应物的温度高20℃左右。

油浴常用的油类有液体石蜡、豆油、棉籽油、硬化油（如氢化棉籽油）、甘油、导热油等。

用油浴锅加热时，要特别当心，防止着火。当油的冒烟情况严重时，即应停止加热。万一着火，不要慌张，可首先关闭加热电器，再移去周围易燃物，然后用石棉布盖住油浴口，火即可熄灭。油浴中应悬挂温度计，以便随时调节温度。

#### 4. 水浴加热

加热温度在100℃以下，水浴容器可用铝锅或恒温水浴装置。

### 5. 特殊加热装置

在某些实验场合，由于加热对象的特殊，需要选用特殊形状的加热器，如精馏柱、分水器，可选择加热带、加热枕垫、保温套等。

## 二、冷却

有些反应为了把温度控制在一定范围内，常需要适当进行冷却。最简便的冷却方法是将盛有反应物的容器适时地浸入冷水浴中。

某些反应需在低于室温的条件下进行，则可用水和碎冰的混合物作冷却剂，如果水的存在不妨害反应的进行，则可以把碎冰直接投入反应物中，这样能更有效地保持低温。

如果需要把反应混合物保持在  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  以下，常用碎冰和无机盐的混合物作冷却剂。

## 三、回流

许多有机化学反应需要使反应物在较长的时间内保持沸腾才能完成。为了防止蒸气逸出，常用回流冷凝装置，使蒸气不断地在冷凝管内冷凝，返回反应器中，以防反应物逸失（见图 1-1）。为了防止空气中的湿气侵入反应器中或吸收反应中放出的有毒气体，可在冷凝管上口连接氯化钙干燥管（见图 1-2）或气体吸收装置（见图 1-3）。有些反应进行剧烈，放热很多，或反应速率太快，如将反应物质一次加入，会使反应失控而导致失败。在这种情况下，可采用带滴液漏斗的回流装置（见图 1-4）将一种试剂逐渐滴加进去。冷凝管套管内的冷却水，水流速度以能保持蒸气充分冷凝即可。进行回流操作时也要控制加热，蒸气上升的高度一般以不超过冷凝管  $1/3$  为宜。

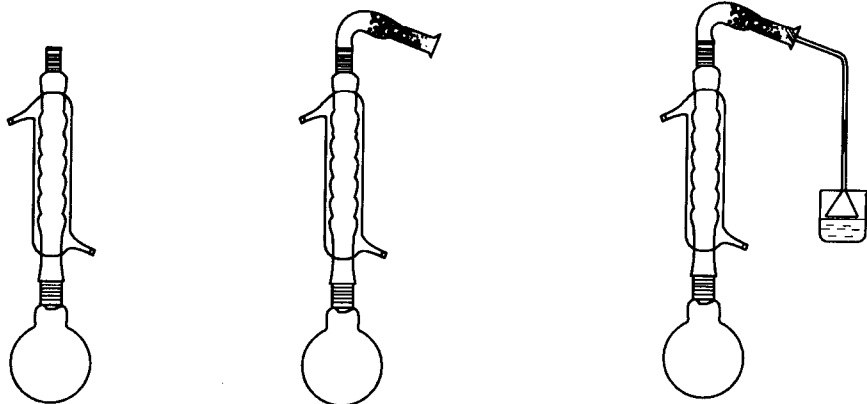


图 1-1 回流冷凝装置    图 1-2 回流冷凝装置（带干燥管）    图 1-3 回流冷凝装置（带气体吸收装置）

## 四、蒸馏与精馏

蒸馏是分离和提纯液态有机化合物最常用的重要方法之一。应用这一方法，不仅可以把挥发性物质与不挥发性物质分离，还可以把沸点不同的物质以及有色的杂质分离。用于提纯溶剂、产品精制及副产物分离等。它包括简单蒸馏、减压蒸馏、精馏和水蒸气蒸馏。

### 1. 简单蒸馏

简单蒸馏是一次蒸馏，即不断将蒸出的蒸气直接冷凝，收集不同沸程的馏分，直至大部分液体被蒸出。由于蒸气中或多或少地含有沸点较高的组分，所以通过一次简单蒸馏难以达到液体混合物的完全分离。但在下列情况下采用简单蒸馏可使产物纯度达到 95% 以上，诸如各组分沸点相差较大（大于  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）；沸点虽相差较小，但较高沸点组分的含量小

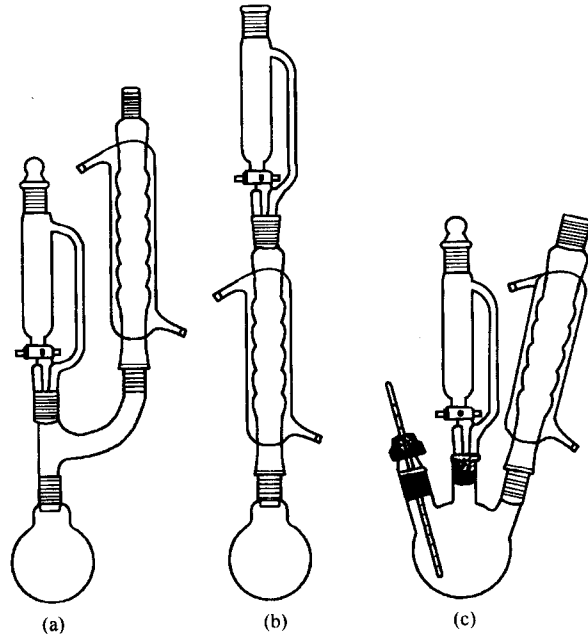


图 1-4 回流冷凝装置 (带滴液漏斗)

于 10%。

图 1-5 为简单蒸馏装置。必须根据水银球的上端与蒸馏头侧口下缘平齐来确定温度计的位置，以保证水银球被蒸气充分包围。当蒸馏对热不稳定的物质时，应采用少量多次的方法，避免物质受热时间过长。对于沸点为  $40\sim 150\text{ }^{\circ}\text{C}$  的液体采用简单蒸馏是合适的。沸点过低的液体挥发性大，冷凝效果差；沸点过高的物质易发生分解。当蒸馏沸点大于  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  的液体时，应采用空气冷凝管，以免冷凝管局部骤然遇冷而破裂。此外，还应注意在加热前加入 1~2 粒沸石，但不要在沸腾或接近沸腾时加入，以防引起强烈暴沸。用过的沸石经洗涤、

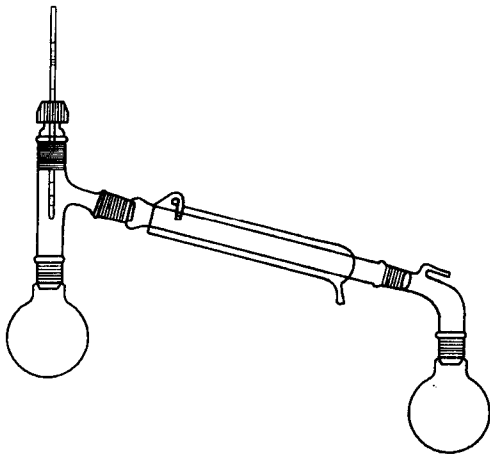


图 1-5 简单蒸馏装置

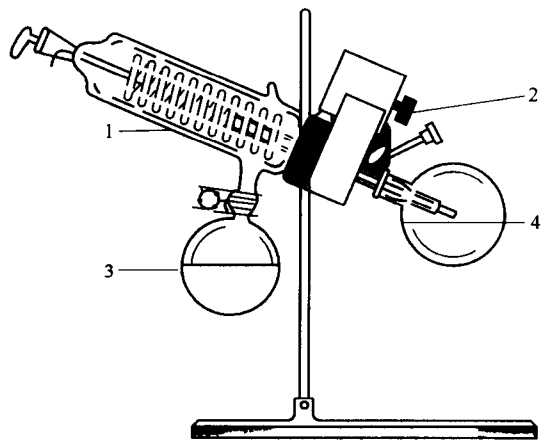


图 1-6 旋转蒸发器

1—冷凝管；2—变速马达；3—收集冷凝液的烧瓶；4—烧瓶

干燥后方可重复使用。不能将物料蒸干，尤其是蒸馏过程中有固体析出时，防止冲料和爆炸。蒸馏速度以每秒蒸出 1~2 滴为宜，温度计水银球上应保持有液滴，以保证温度计读数为馏出液沸点，蒸馏体系保持汽液平衡，从而达到有效分离。在蒸馏前通冷凝水，如果忘记，应等到冷凝管冷却后再通，以防炸裂。蒸馏中强烈发泡时，可加入几滴辛醇或硅油进行消泡。

实验室中还常采用图 1-6 所示的旋转蒸发器进行蒸馏。操作时烧瓶不断旋转，液体受热均匀，不会暴沸，而且蒸发速度快，尤其适于蒸馏大量溶剂。使用时先将系统抽真空，再与大气隔绝，然后调节烧瓶转速，加热蒸发溶剂。

## 2. 减压蒸馏

对于受热易分解的物质可进行减压蒸馏，使其沸点大大降低。一般压力降至 3325 Pa (25 mmHg) 时，高沸点化合物（沸点为 250~300 °C）的沸点下降 100~125 °C；当压力小于 3325 Pa 时，压力每降低一半沸点下降 10 °C 左右。实际应用中可查阅有关手册。

减压蒸馏装置如图 1-7 所示，包括蒸馏、减压、缓冲和测压四部分。接收馏分的装置有多种，如燕尾管、多足接收管和旋转接收器。减压蒸馏过程中，采用毛细管（或称起泡管）使沸腾平稳，同时通过软胶管上的螺旋夹控制进气量的大小。在蒸馏易氧化物质时，可在毛细管外端接一个充满 N<sub>2</sub> 或 CO<sub>2</sub> 气体的大橡皮球，防止蒸馏的物质被空气氧化。有时也采用电磁搅拌以防止暴沸。

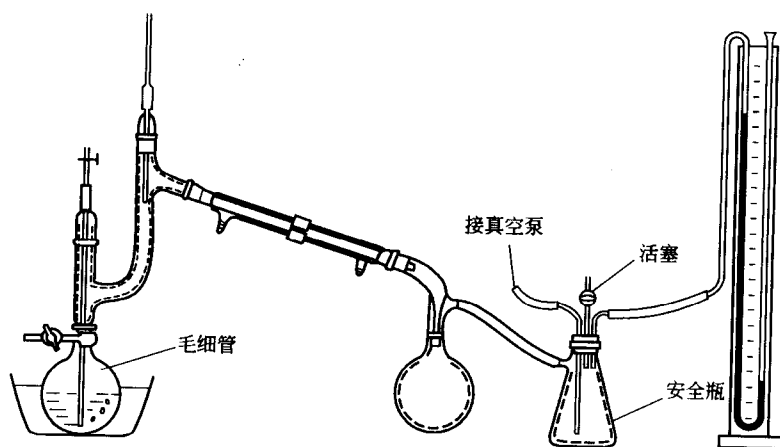


图 1-7 减压蒸馏装置

减压蒸馏前应检查系统是否漏气，然后加入待蒸馏液体，加入量不要超过蒸馏瓶容积的一半。减压至压力恒定后开始加热，控制加热速度，收集不同沸程的馏分。蒸馏时，若要集取不同的馏分而又不要中断蒸馏，则可用多头接引管；多头接引管的几个分支管用橡皮塞和接收器连接起来。多头接引管的上部有一个支管，仪器装置由此管抽真空。蒸馏完毕，移去热源。降温后慢慢开启缓冲瓶活塞放气。压力恢复正常后关闭真空泵。

## 3. 精馏

为有效地分离和提纯两种或多种沸点相差较小的液体化合物，需采用精馏（或分馏）的方法。

精馏装置如图 1-8 所示，由蒸馏瓶、精馏柱、蒸馏头和接收器四部分组成。其中最主要的部分是精馏柱，它决定精馏的效率。在精馏过程中，蒸气沿精馏柱上升，部分冷凝，沿柱



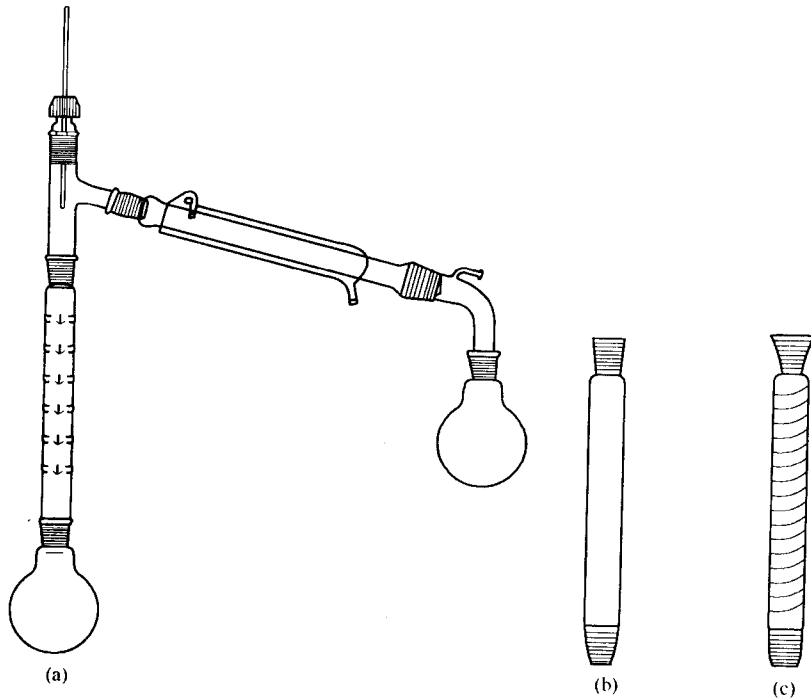


图 1-8 精馏装置

流下。柱子下端比上端温度高，冷凝液又重新被气化。随蒸气的不断上升产生一连串的冷凝和气化过程，使气相中易挥发组分的含量逐渐增多。最后，柱顶蒸气几乎全部是易挥发组分，而蒸馏烧瓶内难挥发组分较多。由此可见，有效精馏的条件是：精馏柱内气液相应紧密接触，以利于传热；精馏柱自下而上保持一定的温度梯度和压降；精馏柱应具有足够的高度与效率；蒸馏应进行得慢而均匀，使大部分液体能够从柱中返回。为使保温良好，可用石棉绳、铝箔、玻璃毛等使精馏柱隔热，避免热量损失。

实验中可根据分离的难易程度、蒸馏物的多少及蒸馏所需压力范围来选择精馏柱。当精馏少量较易分离的液体时，可采用韦氏精馏柱或旋纹柱 [见图 1-8 (b) 和图 1-8 (c)]，但其分离效率较低。在精馏柱内装填各种填料可增加气液两相间的接触面积，提高精馏效率。常用的填料有玻璃毛、玻璃珠、碎瓷片、瓷环以及螺旋形、马鞍形等各种金属片，加填料后的精馏柱适用于量大、较难分离的样品。

精馏柱最上端冷凝下来的液体回流到柱中的液量与移去液量的比值称为回流比。回流比越大，精馏效率越高，但能耗大，精馏时间加长。当回流比为零时，对于各组分沸点之差小于  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  的液体混合物，一般不能精馏出纯度高于质量分数 95% 的馏出液。

对于沸点较高的液体混合物，可进行减压精馏。操作时应保持压力恒定，而且要求精馏柱内压力降尽可能小。否则精馏效率低或温度过高，产品易分解。

#### 4. 水蒸气蒸馏

水蒸气蒸馏用于常压下沸点较高或在较高温度下容易分解的物质的蒸馏。主要是利用被蒸馏组分与水不相混溶，使被分离的物质能在比原沸点低的温度下沸腾，生成的蒸气和蒸汽一同逸出，经冷凝后分为两液层，从而达到分离的目的。

水蒸气蒸馏可用于提纯在常压蒸馏时易发生氧化、聚合或分解的高沸点有机化合物，也