

高等学校试用教材

Organic Chemistry Experiment

有机化学实验

(第2版)

主 编 姚映钦
副主编 刘 军 王兴明

高等学校试用教材

Organic Chemistry Experiment

有机化学实验

(第2版)

主 编 姚映钦

副主编 刘 军 王兴明

武汉理工大学出版社

· 武 汉 ·

【内容提要】

本书是姚映钦主编《有机化学实验》一书的修订版(第2版)。

全书包括有机化学实验的基本知识、基本操作和实验技术、有机化合物的制备、综合及设计实验、有机化合物的性质试验等5个方面的内容。与第1版相比,增加了色谱法、升华、手性化合物的合成和拆分、天然产物的提纯和分离等内容。全书共37个实验。

本书可供高等工业学校化工、材料、生物、环境、制药、农林、畜牧、医学等各类专业作实验教材,也可供其他专业选用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验(第2版)/姚映钦主编. —武汉:武汉理工大学出版社,2004.1

高等学校试用教材

ISBN 7-5629-2041-9

I. 有…

II. 姚…

III. 有机化学-化学实验-高等学校-教材

IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 002580 号

出版发行:武汉理工大学出版社

武汉市珞狮路122号 邮编:430070

<http://techbook.whut.edu.cn>

E-mail:tiandq@mail.whut.edu.cn

经 销 者:各地新华书店

印 刷 者:湖北省荆州市鸿盛印刷厂

开 本:787×1092 1/16

印 张:10.5

字 数:270千字

版 次:2004年1月第2版

印 次:2004年1月第1次印刷

印 数:1~3000册

定 价:14.00元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等印装质量问题,请向出版社发行部调换

本社购书热线电话:(027)87397097 87394412

前 言

(第 2 版)

本书第 1 版出版已近 8 年,由于有机化学学科的迅速发展和有机化学实验技术的改进,以及教学改革的不深入,不同学校不同专业对有机化学实验的要求也发生了不同程度的变化。为了适应变化了的情况,因此对本书的原版进行了重新修订。

1. 本书保持了原版的基本结构,内容包括有机化学实验的基本知识、基本操作、有机化合物的制备和性质试验、综合及设计实验等五个方面。增加了色谱法、升华、手性化合物的合成和拆分、天然产物的提取和分离等内容,删除一些较陈旧或者不太重要的内容。全书共 37 个实验,这样在教学中有较大的选择余地,适用面更广。

2. 增加综合及设计实验内容,目的是把学到的基本知识、基本理论和基本操作技术灵活运用,培养分析、解决问题的能力。

3. 实验操作仍采用常量制备方法,力求“少量化”(固体产物约 2g、液体产物 5~10mL),在教学中依据实际情况可按书上用量适当增减,实验操作步骤则不必改变。

4. 实验装置全部采用标准磨口玻璃仪器。

本书由武汉大学黄涛教授主审,提出了许多宝贵的修改意见,在此表示衷心的感谢。武汉理工大学应用化学系雷家珩教授、武汉理工大学有机教研室的全体老师给予了大力支持和帮助。武汉理工大学出版社田道全副编审为本书的再版做了许多的工作,在此一并致以深切的谢意。我们也感谢使用过本书第 1 版的老师和历届学生,他们的实践和建议使本书得到了进一步的完善。

参加本书编写工作的有武汉理工大学姚映钦(主编)、武汉理工大学刘军(副主编)、西南科技大学王兴明(副主编)、武汉理工大学王典芬、武汉化工学院黄涛、武汉科技大学强敏。最后由姚映钦统一整理定稿。

限于我们的水平,本书谬误和不妥之处定然不少,恳请读者批评指正。

编 者

2003.11

目 录

1 有机化学实验的基本知识	(1)
1.1 有机化学实验室规则	(1)
1.2 有机化学实验的安全常识	(1)
1.2.1 实验室安全守则	(2)
1.2.2 事故的预防和急救措施	(2)
1.3 有机化学实验常用玻璃仪器和设备	(3)
1.3.1 常用玻璃仪器	(3)
1.3.2 常用设备	(5)
1.4 玻璃仪器的洗涤和干燥	(9)
1.4.1 玻璃仪器的洗涤	(9)
1.4.2 仪器的干燥	(9)
1.5 玻璃仪器的选择与安装	(9)
1.5.1 仪器的选择	(9)
1.5.2 仪器的安装	(10)
1.6 有机化学实验报告的基本要求	(10)
1.6.1 目的要求	(11)
1.6.2 反应原理	(11)
1.6.3 原料用量及规格	(11)
1.6.4 物理常数	(11)
1.6.5 仪器装置	(11)
1.6.6 实验步骤	(11)
1.6.7 实验记录	(11)
1.6.8 产率计算	(12)
1.6.9 问题讨论	(12)
2 有机化学实验的基本操作和实验技术	(13)
2.1 简单的玻璃工操作和塞子的配置	(13)
2.1.1 简单的玻璃工操作	(13)
2.1.2 塞子的配置	(16)
实验 1 简单的玻璃工操作 (3 学时)	(17)
2.2 加热和冷却	(18)
2.2.1 加热	(19)
2.2.2 冷却	(19)
2.3 重结晶提纯法	(20)
2.3.1 溶剂的选择	(20)

2.3.2	样品的溶解及热过滤	(21)
2.3.3	结晶的析出	(22)
2.3.4	减压过滤	(22)
2.3.5	结晶的干燥	(23)
实验 2	重结晶 (3 学时)	(23)
2.4	熔点的测定和温度计的校正	(25)
2.4.1	基本原理	(25)
2.4.2	熔点的测定方法	(25)
2.4.3	温度计的校正	(29)
实验 3	熔点和沸点的测定 (4 学时)	(30)
2.5	折光率及其测定	(31)
2.5.1	折光率的应用	(31)
2.5.2	阿贝折射仪的光学原理	(31)
2.5.3	阿贝折射仪的构造和工作原理	(32)
2.5.4	阿贝折射仪的操作程序	(33)
2.5.5	使用阿贝折射仪的注意事项	(33)
2.5.6	折光率的温度校正	(33)
2.5.7	仪器校正	(33)
2.6	密度及其测定	(34)
2.7	旋光度及其测定	(35)
2.7.1	旋光仪的构造	(35)
2.7.2	比旋光度的计算	(36)
2.7.3	旋光度的测定方法	(37)
2.7.4	使用旋光仪注意事项	(37)
实验 4	旋光度的测定 (3 学时)	(38)
2.8	萃取和洗涤	(38)
2.8.1	液-液萃取	(39)
2.8.2	液-固萃取	(43)
2.9	有机化合物的干燥和干燥剂	(44)
2.9.1	干燥的目的	(44)
2.9.2	干燥原理及干燥剂的选择原则	(44)
2.9.3	液体有机物的干燥	(45)
2.9.4	固体有机物的干燥	(46)
2.10	升华	(46)
2.10.1	基本原理	(46)
2.10.2	升华操作	(47)
2.11	回流	(48)
2.12	搅拌与搅拌装置	(48)
2.12.1	搅拌棒的类型	(49)

2.12.2	搅拌装置	(49)
2.12.3	搅拌装置的安装	(50)
2.13	蒸馏和分馏	(50)
2.13.1	蒸馏	(51)
2.13.2	分馏	(53)
2.13.3	精馏	(54)
实验 5	简单蒸馏和分馏 (4 学时).....	(55)
2.14	水蒸气蒸馏	(56)
2.14.1	水蒸气蒸馏的适用范围	(57)
2.14.2	水蒸气蒸馏的基本原理	(57)
2.14.3	仪器装置	(57)
2.14.4	操作步骤	(59)
2.15	减压蒸馏	(59)
2.15.1	基本原理	(59)
2.15.2	减压蒸馏的装置	(60)
2.15.3	减压蒸馏的操作	(63)
2.15.4	减压蒸馏操作注意事项	(63)
2.16	色谱法	(64)
2.16.1	柱色谱	(64)
实验 6	柱色谱分离实验 (4 学时).....	(65)
2.16.2	薄层色谱	(66)
实验 7	薄层色谱分离实验 (5 学时).....	(68)
2.17	红外光谱法鉴定有机化合物的结构	(69)
2.17.1	基本原理	(69)
2.17.2	IR 谱的基团相关性	(71)
2.17.3	红外分光光度计的原理	(72)
2.17.4	IR 样品的制备方法	(73)
2.17.5	IR 谱图解析实例	(73)
实验 8	合成环己酮产品的 IR 鉴定 (2 学时)	(75)
3	有机化合物的制备	(76)
实验 9	环己烯的制备 (4 学时).....	(76)
实验 10	正溴丁烷的制备 (6 学时)	(77)
实验 11	2-甲基-2-己醇的制备 (6 学时)	(79)
实验 12	邻、对硝基苯酚的制备(8 学时).....	(81)
实验 13	正丁醚的制备 (4 学时)	(82)
实验 14	安息香丁醚的制备 (4 学时)	(84)
实验 15	苯乙酮的制备 (6 学时)	(85)
实验 16	双酚 A 的制备 (4 学时)	(87)
实验 17	己二酸的制备 (4 学时)	(88)

实验 18	苯甲酸的制备 (4 学时)	(89)
实验 19	二苯基乙醇酸的制备 (4 学时)	(92)
实验 20	肉桂酸的制备 (4 学时)	(93)
实验 21	乙酸乙酯的制备 (4 学时)	(94)
实验 22	乙酸正丁酯的制备 (4 学时)	(96)
实验 23	反丁烯二酸二甲酯的制备 (6 学时)	(98)
实验 24	邻苯二甲酸二正丁酯的制备 (6 学时)	(99)
实验 25	乙酰水杨酸的制备 (4 学时)	(101)
实验 26	乙酰苯胺的制备 (4 学时)	(102)
实验 27	苯甲醇和苯甲酸的制备 (6 学时)	(104)
实验 28	甲基橙的制备 (4 学时)	(105)
实验 29	间苯二酚黄的制备 (4 学时)	(108)
实验 30	油脂的提取及混合脂肪酸的分离 (6 学时)	(109)
实验 31	菠菜色素的提取及分离 (8 学时)	(110)
实验 32	从茶叶中提取咖啡因 (4 学时)	(113)
实验 33	从辣椒中提取辣椒精 (4 学时)	(114)
4	综合及设计实验	(117)
实验 34	环己酮的制备及 IR 鉴定 (6 学时)	(117)
实验 35	外消旋 α -苯乙胺的制备及拆分 (12 学时)	(119)
实验 36	脲醛树脂的合成 (4 学时)	(121)
实验 37	有机化合物的分离和鉴定 (4 学时)	(123)
5	有机化合物的性质试验	(125)
5.1	烃的性质	(125)
5.1.1	不饱和烃的性质	(125)
5.1.2	芳烃的性质	(125)
5.2	卤代烃的性质	(126)
5.2.1	与硝酸银醇溶液的作用	(126)
5.3	醇和酚的性质	(126)
5.3.1	醇的性质	(126)
5.3.2	酚的性质	(127)
5.4	醛和酮的性质	(127)
5.4.1	与亚硫酸氢钠的加成	(127)
5.4.2	与 2,4-二硝基苯肼的作用	(127)
5.4.3	与托伦(Tollens)试剂反应	(128)
5.4.4	与斐林(Fehling)试剂反应	(128)
5.4.5	碘仿反应	(128)
5.5	羧酸及其衍生物的性质	(128)
5.5.1	羧酸的性质	(128)
5.5.2	羧酸衍生物的性质	(129)

5.6 胺的性质	(129)
5.6.1 碱性试验	(129)
5.6.2 苯胺和溴水的反应	(129)
5.6.3 兴斯堡(Hinsberg)试验	(129)
5.7 糖类化合物的性质	(130)
5.7.1 糖的显色反应	(130)
5.7.2 糖的还原性	(131)
5.7.3 糖脎的生成	(131)
5.7.4 糖类化合物的水解	(131)
5.7.5 纤维素的性质试验	(132)
5.8 氨基酸和蛋白质的性质	(132)
5.8.1 蛋白质的沉淀	(132)
5.8.2 氨基酸和蛋白质的颜色反应	(133)
5.8.3 用碱分解蛋白质	(133)
附录	(135)
附录 1 常用有机溶剂的纯化	(135)
附录 2 常用有机试剂的配制	(137)
附录 3 几种洗液的配制	(139)
附录 4 乙醇水溶液的浓度和相对密度表	(139)
附录 5 常用有机溶剂的沸点和相对密度表	(140)
附录 6 常用酸碱溶液的相对密度和浓度	(140)
附录 7 常见有机化合物的溶解度	(142)
附录 8 酸碱指示剂的变色范围	(144)
附录 9 常用元素的相对原子质量表	(144)
附录 10 理化手册中有机物的物理常数的英文及其缩写	(144)
附录 11 常用希腊字母读音	(146)
附录 12 水的蒸汽压力表	(146)
附录 13 常用试剂的恒沸混合物	(147)
附录 14 常见有机化合物的物理常数	(148)
参考文献	(155)

1 有机化学实验的基本知识

1.1 有机化学实验室规则

有机化学实验是有机化学学科的基础,是学习有机化学的一个重要方面。为了保证有机化学实验正常进行,培养严谨的工作态度和良好的实验习惯,要求学生必须严格遵守下列规则:

(1) 充分准备

实验前要做好一切准备工作,认真预习实验教材,明确实验目的和要求,了解实验原理和内容,对所需药品、仪器及装置做到胸中有数。

(2) 注意安全

熟悉实验室及周围环境,熟悉灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法,严格遵守实验安全守则。

(3) 严谨求实

实验时要精神集中、认真操作、细心观察、积极思考、如实记录,不得用散页纸记录,不得高声喧哗,不得擅自离开实验室。

(4) 遵从教师和实验室工作人员的指导

必须按照规定步骤、试剂的规格及用量进行实验,如需更改或重做,须征得指导教师的同意,以免发生意外事故。

(5) 保持整洁

待用的仪器应摆得井然有序,实验装置要求安装正确、整齐、美观。暂时不用的仪器不要放在桌面上,以免碰倒损坏。废水、废纸、残渣、火柴梗和破玻璃等应分别放入指定的地方,不得乱抛乱丢。

(6) 爱护公物,爱护和保管好发给自己的仪器

公用器材用后必须整理好放回原处,仪器损坏要及时报告更换,注意节约水电和药品。

(7) 学生轮流值日

值日生应负责整理公用器材,打扫实验室,倒净废物缸,检查水电,关好门窗。

1.2 有机化学实验的安全常识

有机化学实验经常用到一些易燃、易爆、有毒和腐蚀性强的药品,还有易碎的玻璃仪器,若粗心大意或操作不慎都容易发生各种事故。为了预防和处理各种事故,必须重视安全操作和熟悉一般安全知识。

1.2.1 实验室安全守则

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。

(2) 实验进行时不准随便离开岗位,要经常注意反应进行情况是否正常、有无漏气、堵塞或破裂等现象。

(3) 对于估计可能发生危险的实验,要采取必要的安全措施如戴防护眼镜、面罩或穿防护衣服等。

(4) 不准赤脚、穿背心或拖鞋进入实验室,严禁在实验室内吸烟或吃食物,实验结束后要仔细洗手。

(5) 使用电器时不能用湿手去拿插头,电器设备的金属外壳应接地线,实验完毕后应先切断电源,再拆卸装置。

(6) 充分考虑如何防止事故的发生和事故发生后所应采取的安全措施。

1.2.2 事故的预防和急救措施

1.2.2.1 火灾

在实验室不得将易燃液体存于敞口容器内,如需加热必须使用装有回流冷凝管的装置,并用间接加热方式进行加热;不可在加热过程中投入沸石,以防暴沸。易燃液体的转移应远离火源。

如果不幸失火,应首先关闭煤气开关和电闸,迅速移开周围的易燃物品,再进行灭火。有机实验室灭火通常不能用水,因为有机液体一般比水轻而浮在水面上,增大了与空气的接触,并且随水漂流使火势蔓延。应根据起火原因、火势的大小采取相应的灭火措施。

小器皿内溶剂或油浴起火可用石棉板或湿抹布覆盖,不要用口吹。地板和桌面烧着的液体应用细砂盖熄;电器起火,切断电源后用灭火器灭火;若衣服着火,切勿奔跑,应用厚外衣熄灭火,情况危急时也可就地打滚或用毛毯裹住隔绝空气而使火熄灭。

若火势较大则应用灭火器灭火。

有人员烧伤时,轻度烧伤可用冷水或冰块迅速处理,严重烧伤应立即送往医院治疗。

1.2.2.2 爆炸

为防止爆炸事故发生,使用易燃易爆(如氢气、乙炔和过氧化物等)或遇水易燃易爆物质(如钾、钠等)时应特别小心,必须严格按操作规程进行。

常压操作时应保持系统与大气相通,反应进行时应经常检查仪器的各个部分有无堵塞现象;减压操作时严禁使用不耐压的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶等);加压操作时应经常检查系统内压力是否超过负荷。

蒸馏醚类化合物之前应检查是否有过氧化物存在,如果有过氧化物存在,必须首先除去过氧化物,然后方可进行蒸馏操作,同时还须注意不能蒸干。

1.2.2.3 烫伤

在玻璃工操作中最容易发生烫伤。注意不要用手去触摸未冷却的玻璃管(棒);烘干的玻璃仪器应待其冷却后再拿取。如被烫伤,轻者在伤处涂以玉树油或鞣酸油膏,重者涂以烫伤油膏后立即送往医院治疗。

1.2.2.4 割伤

玻璃仪器使用不当将造成破损,玻璃碎片易割伤皮肉。若被割伤,应先把伤口内的玻璃碎片取出,经消毒后涂上红汞或碘酒,再用消毒纱布包扎;若伤口严重,应用纱布包扎或按住动脉防止大量出血,并急送医院治疗。

1.2.2.5 化学灼伤

为防止化学灼伤的发生,不可用手直接接触化学药品,药品的转移应小心进行,若不慎泼撒在桌面或地面上应立即清除干净;在加热或反应过程中,不得从试管口或烧瓶口往下观察。

如被酸、碱灼伤,应立即用大量水冲洗,然后按下列方法处理:

酸灼伤:皮肤——用 5%碳酸氢钠溶液洗涤;

眼睛——用 1%碳酸氢钠溶液洗涤。

碱灼伤:皮肤——用 2%醋酸溶液洗涤;

眼睛——用 1%硼酸溶液洗涤。

如被溴或苯酚灼伤时,先用有机溶剂(如酒精、汽油等)清洗,再用水洗涤,最后涂敷甘油或烫伤油膏。

1.2.2.6 中毒

为防止中毒,应保持实验室内空气流通,不要在实验室内吃东西,不要用手直接拿取药品,若手被药品沾污应立即洗干净,实验结束后必须将手洗干净。

实验时如有中毒症状(头晕、恶心等)应立即到空气新鲜的地方休息,严重者立即送往医院治疗。

1.3 有机化学实验常用玻璃仪器和设备

1.3.1 常用玻璃仪器

有机化学实验常用玻璃仪器有普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两种,现分别介绍如下:

1.3.1.1 普通玻璃仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器如图 1.1 所示。普通玻璃仪器的口径大小不一,安装时需软木塞或橡皮塞连接。

使用玻璃仪器时应注意轻拿轻放。玻璃仪器(除试管等少数外)不能直接用火加热;锥形瓶不耐压,不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热,故不能加热。带活塞的玻璃器皿(如分液漏斗)用过洗净后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘住。温度计必须在刻度范围内使用,不能当搅拌棒用。温度计用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以免炸裂或汞柱断线。

1.3.1.2 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器统称标准口玻璃仪器,这种仪器具有标准化、通用化和系列化的特点。常用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34 等多种,这里的数字编号是指磨口最大端直径的毫米数。相同编号的内外磨口可以相互紧密连接。有的磨口玻璃仪器也用两个数字表示磨口大小,例如 10/30 则表示磨口最大处直径为 10mm,磨口长度为 30mm。当两种玻璃仪器因磨口编号不同无法直接连接时,可用不同编号的磨口接头使之连接起来。这样便可根据需要选配和组装各种形式的配套仪器,既可免去配塞子、钻孔等手续,又可避免反应物或产物被塞子所

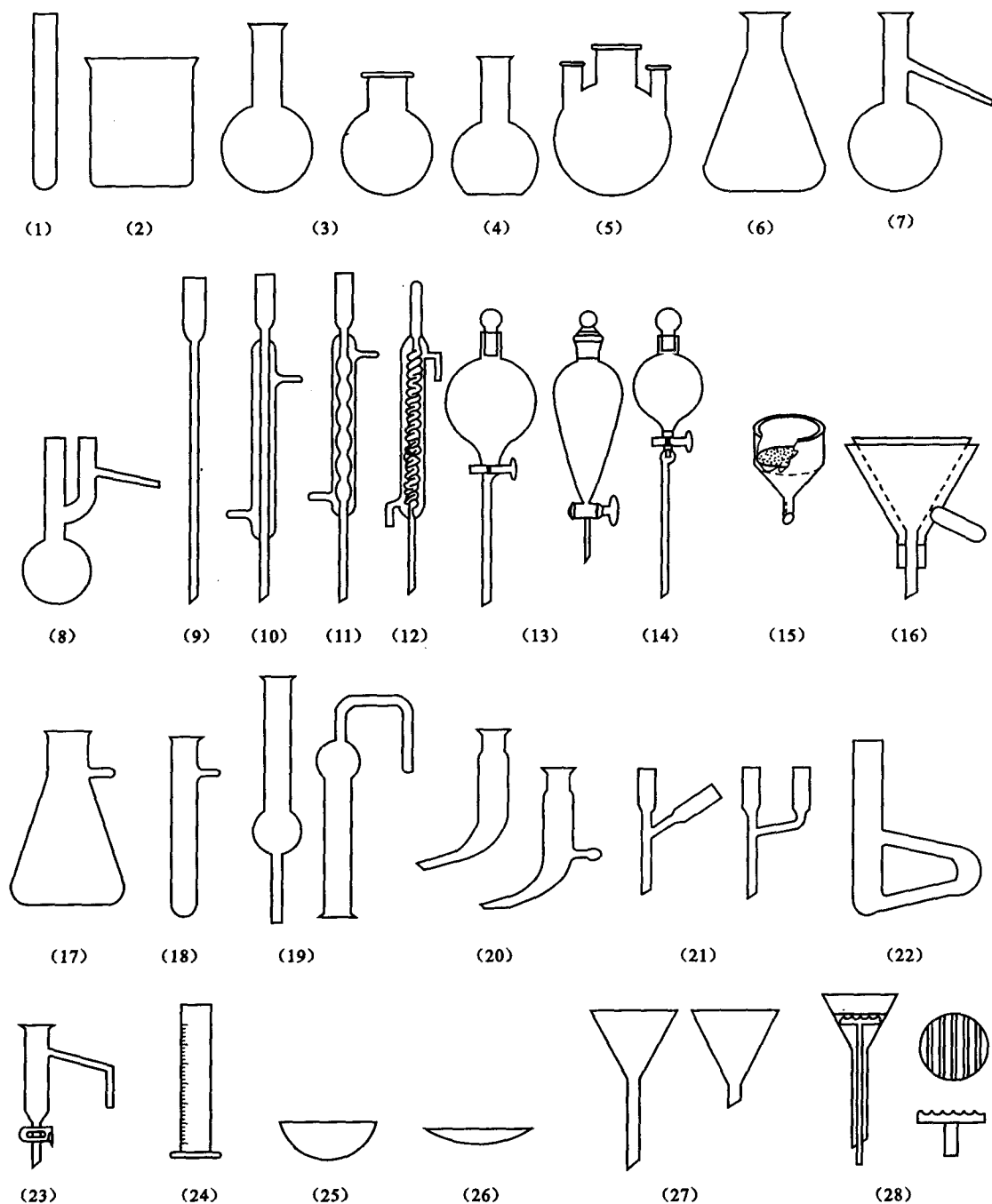


图 1.1 常用普通玻璃仪器

- (1) 试管; (2) 烧杯; (3) 圆底烧瓶; (4) 平底烧瓶; (5) 三口烧瓶; (6) 锥形烧瓶; (7) 蒸馏烧瓶;
 (8) 克氏蒸馏烧瓶; (9) 空气冷凝管; (10) 直形冷凝管; (11) 球形冷凝管; (12) 蛇形冷凝管;
 (13) 分液漏斗; (14) 滴液漏斗; (15) 布氏漏斗; (16) 热水漏斗; (17) 抽滤瓶; (18) 抽滤管;
 (19) 干燥管; (20) 接液管; (21) Y形管; (22) 熔点测定管(提勒管); (23) 水分分离器(分水器);
 (24) 量筒; (25) 蒸发皿; (26) 表面皿; (27) 玻璃漏斗; (28) 玻璃钉漏斗

玷污。常用的一些标准磨口玻璃仪器如图 1.2 所示。

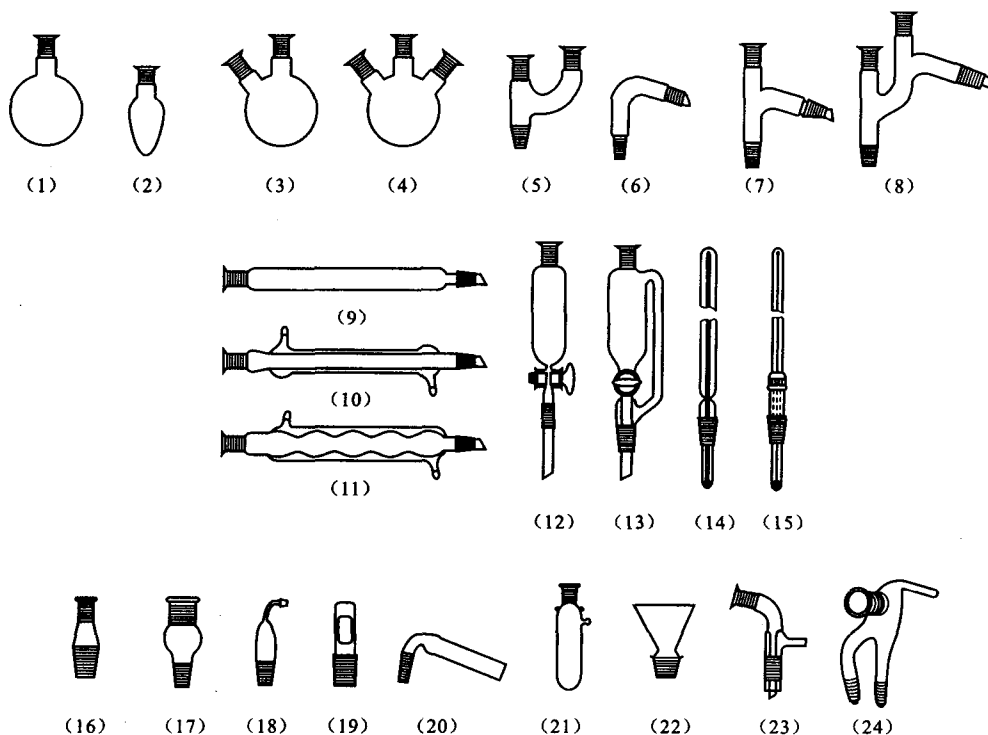


图 1.2 常用标准磨口仪器

- (1) 圆底烧瓶; (2) 梨形瓶; (3) 两口瓶; (4) 三口瓶; (5) Y 形管; (6) 弯头; (7) 蒸馏头; (8) 克氏蒸馏头;
 (9) 空气冷凝管; (10) 直形冷凝管; (11) 球形冷凝管; (12) 分液漏斗; (13) 恒压滴液漏斗; (14) 温度计;
 (15) 温度计; (16) 大小口接头; (17) 大小口接头; (18) 通气管; (19) 塞; (20) 干燥管;
 (21) 吸滤管; (22) 吸滤漏斗; (23) 单股接收管; (24) 双股接收管

使用标准磨口玻璃仪器时必须注意使磨口保持洁净,不能有灰尘和砂粒。磨口一般不需涂润滑剂,以免玷污反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,以防磨口连接处因碱腐蚀粘牢无法拆开。仪器使用后应及时拆下、洗净,并分开存放。洗涤时应避免用去污粉擦洗,以免损坏磨口。

1.3.2 常用设备

1.3.2.1 台秤

台秤用于称量物质的质量,台秤的最大称量为 1000g 和 500g,能称准到 1g;药物台秤(又称小台秤),最大称量为 100g,能称准到 0.1g。

称重前,先观察游码在零位时两臂是否平衡,指针是否在标尺中间。可以调节两端的平衡螺丝,使指针正指标尺中间,这时两臂即平衡。

称量时,将物体放在左盘上,右盘加砝码。先加大砝码,然后再加小砝码,最后移动游码至指针在标尺中间,砝码质量加上游码在游标尺上的质量即物体的质量。

称完后,将砝码放回盒中,游码移至零位。

台秤应经常保持清洁,所称物体不能直接放在盘上称量,而应放在清洁、干燥的表面皿或

烧杯中称量。

1.3.2.2 调压变压器

调压变压器是调节电压的一种装置,常用来调节电炉或电热套的温度,调整电动搅拌器的转速等,使用时应注意以下几点:

(1) 使用前检查电网电压与输入电压是否一致,不允许超负荷使用。

(2) 输入端与输出端切忌接反,输入端与电源连接,输出端与电器连接,同时接上保护性地线。

(3) 通电前指针应放在零位,接通电源后慢慢转动手轮,调至所需电压。不用时先将手轮调回零点,然后再切断电源。调压变压器应存放在干燥通风处。

1.3.2.3 电动搅拌器

电动搅拌器在有机化学实验中作搅拌用,适用于一般油水体系,不适用于粘度较大的胶状溶液。若超负荷使用,很容易发热而烧毁。

1.3.2.4 磁力搅拌器

由一根以玻璃或聚四氟乙烯塑料密封的软铁和一个可旋转的磁铁组成。首先将软铁放入装有欲搅拌的反应物容器中,然后将容器放在内有旋转磁场的搅拌器托盘上,接通电源后,内部磁场不断旋转变化而使容器内软铁随之旋转,从而达到搅拌的目的。

磁力搅拌器有温度和转速控制装置,使用时要缓慢旋转,用后应把旋钮调回原位,并注意防潮防腐。

1.3.2.5 烘箱

实验室使用的烘箱一般为恒温鼓风干燥箱,主要用于烘干玻璃仪器及烘干无腐蚀、加热不分解的固体药品。挥发性易燃物及用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱,以免发生爆炸。

使用烘箱时应注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器时应将水沥干,从上到下依次放入,温度一般控制在 $100\sim 200^{\circ}\text{C}$,干湿仪器应分开放置。

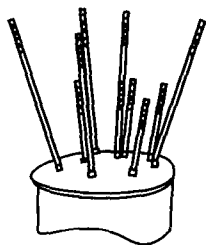


图 1.3 气流烘干机

1.3.2.6 热气流烘干机

它是干燥玻璃仪器的一种高效干燥设备(如图 1.3 所示)。用时把玻璃仪器倒挂其上,经过滤的洁净热风被送到玻璃仪器的内部而使其干燥。与烘箱相比,热气流烘干机有节电、可供急时之需和干燥后仪器不留水渍等优点。设有冷、热风档,干燥好的热玻璃仪器可用冷风冷却,便于拿取使用。设备上有自动恒温装置,可按需要选用不同温度。但高温部分只限急需时使用,连续使用不要超 1h,以防烧毁。

1.3.2.7 电热套

电热套实际上是一只改装的小电炉,其外壳由金属制成,内部是用玻璃纤维织物包裹的电热丝盘旋制成半球形或圆锥形,刚好使烧瓶套入,电热丝下面填充了玻璃棉等保温材料(如图 1.4 所示)。通电后即可加热。电热套具有使用方便、容易控制温度、加热均匀、不易使有机溶剂着火等优点,有 $50\sim 3000\text{mL}$ 各种不同规格,可根据不同需要加以选用,是一种比较理想的加热设备。

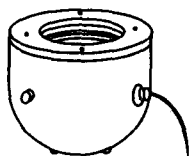


图 1.4 电热套

1.3.2.8 循环水多用真空泵

循环水多用真空泵是以循环水作为流体,利用射流产生负压的原理而

设计的一种新型多用真空泵,广泛用于蒸发、蒸馏、结晶、过滤、减压、升华等操作中。由于水可以循环使用,避免了直排水的现象,节水效果明显,因此是实验室理想的减压设备。水泵一般用于对真空度要求不高的减压体系中。

1.3.2.9 油泵

油泵也叫真空油泵,它也是实验室常用的减压设备,在对真空度要求较高的场合下使用。常用的有机械泵、扩散泵和吸附泵等,有机化学实验室一般使用旋片式油泵。

油泵的效能取决于泵的结构和油的质量(油的蒸气压越低越好),好的真空油泵可以抽到 $10\sim 100\text{Pa}$ 以上的真空度。为了保护泵和油,使用时应注意以下几点:

- (1) 定期检查、定期换油,防潮、防腐蚀。
- (2) 使用前应检查真空泵加油量是否合适,电动机的旋转方向是否与皮带轮的方向一致。
- (3) 在油泵的进气口处要安上保护系统。保护系统一般由石蜡、氢氧化钠、无水氯化钙、硅胶干燥塔和冷阱组成。
- (4) 防止玻璃屑或其他异物进入泵内。

1.3.2.10 真空旋转蒸发器

在有机化学实验室中,进行合成实验及萃取、柱色谱、高效液相色谱等分离操作时,往往需要使用大量有机溶剂。为了除去或回收这些溶剂,常采用普通蒸馏的方法,但除去大体积的溶剂需要时间较长,长时间的加热可能会造成有机化合物的分解。为了快速蒸发较大体积的溶剂,可使用真空旋转蒸发器(如图 1.5 所示)。该仪器装有高效的冷凝器,在减压条件下工作。它的加热蒸发部分是一个由电动机带动盛有欲蒸发溶液的圆底烧瓶,烧瓶保持一定角度并在热水浴中迅速旋转,使液体在烧瓶内壁扩散成一层薄膜,从而增加了蒸发表面,使溶液在减压下迅速挥发,从而大大缩短浓缩时间。

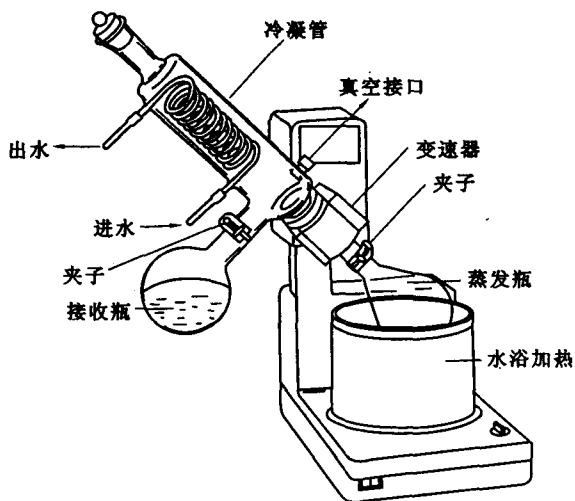


图 1.5 真空旋转蒸发器

1.3.2.11 悬挂式酒精喷灯

它是一种使酒精气化燃烧加温的设备,温度可高达 $800\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 。悬挂式酒精喷灯由贮筒、底座、预热杯、灯体、喷火管、喷嘴和手轮组成,如图 1.6 所示。

悬挂式酒精喷灯的使用方法:

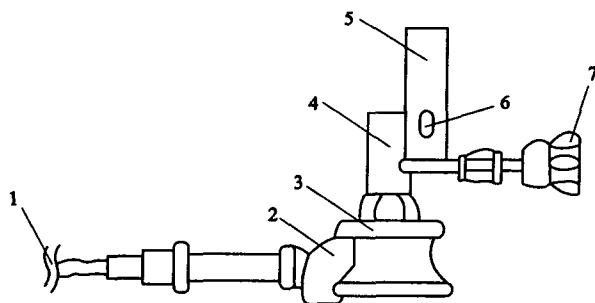


图 1.6 酒精喷灯

1—与贮筒连接管;2—底座;3—预热杯;4—灯体;5—喷火管;6—喷嘴;7—手轮

- (1) 检查各连接处无渗漏后,在贮筒内装入酒精。
- (2) 旋开贮筒下的铜直阀,使酒精经过橡皮管流入灯体。用通针捅喷嘴小孔,以防堵塞。
- (3) 在预热杯内加入酒精后,用火点燃杯内酒精。当酒精将要烧尽时,开启手轮,使喷火管内喷出火焰。
- (4) 缓慢旋转手轮,调到所需大小火焰后,便可进行实验操作。
- (5) 停止使用时,关闭手轮和贮筒下的铜直阀即可。

注意:点燃的酒精喷灯不可无人看管,周围不准放易燃物;喷灯不要放在木制桌面上;在操作过程中要注意贮筒内酒精是否用完,防止事故发生。

1.3.2.12 钢瓶

钢瓶是一种在加压下贮存或运送气体的容器,材质有铸钢、低合金钢和玻璃钢。使用钢瓶时应注意以下事项:

(1) 钢瓶禁止混用。根据钢瓶外涂的颜色和封闭螺纹的不同而彼此相区分,一般可燃性气体钢瓶封闭螺纹是反向的(向左),而不燃性气体则是正向的(向右)。为了防止各种钢瓶在充装气体时混用,全国规定了瓶身、横条以及标字的颜色。常用的几种钢瓶的标色见表 1.1。

表 1.1 常用钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色
氮气	黑	棕	黄
空气	黑	—	白
氧气	天蓝	—	黑
氢气	深绿	红	红
二氧化碳	黑	—	黄
氯气	草绿	白	白
氨气	黄	—	黑
其他一切可燃气体	红	—	白
其他一切不可燃气体	黑	—	黄

- (2) 存放在阴凉、干燥、远离热源处。牢固直立,并用链子加固,或者平放储存。
- (3) 取气必须通过减压阀。当瓶中剩余量约为 0.5% 时,应停止使用。
- (4) 使用可燃性气体时一定要装防止回火装置。
- (5) 氧气瓶的阀门上、螺旋线处不能涂油脂。
- (6) 钢瓶搬运时,要装上瓶帽,轻拿轻放,保护好钢瓶。
- (7) 钢瓶应定期检查。