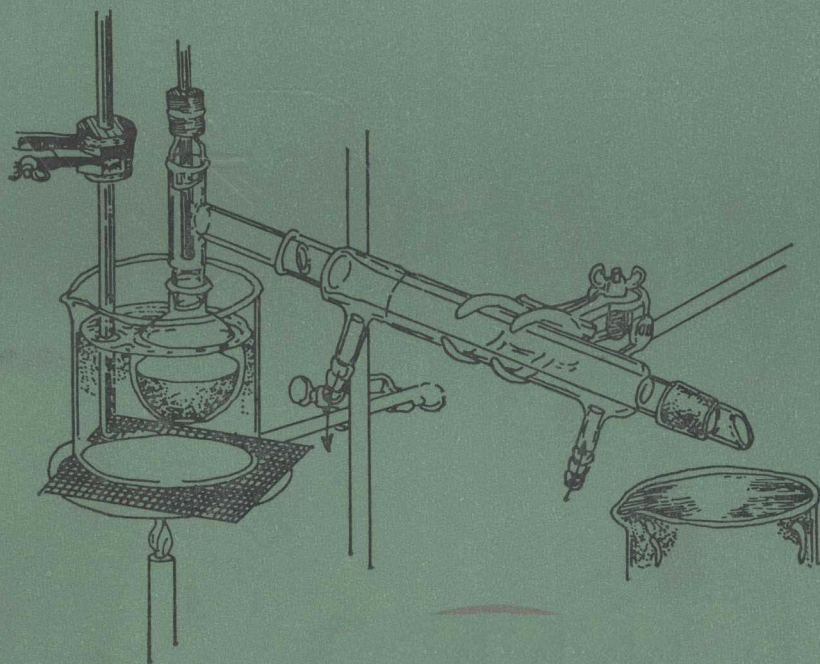


有机化学实验操作与技术

尚 遂 存 主 编



西安地图出版社

有机化学实验操作与技术

主 编 尚遂存

— 副主编 武雪芬 袁 珂 兰淑琴

李五贤 张新华

编 委 韩永泉 李桂兰 秦兰菊

建方方 韩 虹 闻京伟

李向书 孙德梅 张淑玲

江苏工业学院图书馆
藏书章

西安地图出版社

定价：18.00元

ISBN 7-302-49-413-2/C·31

(陕)新登字 013 号

内 容 提 要

本书主要内容包括有机化学实验室的规则和安全常识、有机化学实验技术、鉴定有机化合物的理化技术和实验等四个部分。此外,还编排了内容丰富的附录材料,以便读者查找那些经常需用,但不可能都安排在正文中的有关资料。本书篇幅不大,但内容丰富、适用性强,尤其突出了有机化学实验的基本操作和基本技术训练,并吸收了大量适用于天然产物研究的微量或半微量设备及技术。实验内容不仅可供读者练习选用,而且具有广泛实用价值。它既可作为有关大专院校、自学培训的教学用书,又可作为科研单位、大小厂矿、乡镇企业有关科技人员实际工作中的参考手册。

有机化学实验操作与技术

尚遂存 主编

责任编辑:张希贵

西安地图出版社出版发行

河南省中牟县印刷厂印刷

787×1092

16 开

印张 17.5

字数 448 千字

1996 年 1 月 8 日第一版

1996 年 1 月 8 日第一次印刷

印数:1—3000 册

ISBN 7-80545-413-2/G·21

定价:18.00 元

前 言

本书编写目的旨在为社会奉献一本既可作为大专院校有机化学实验教材又具有广泛实际参考价值的书。本书除了前言和索引外,由五个部分组成:有机化学实验室的一般知识、有机化学实验技术、鉴定有机化合物的物理和化学技术、实验和附录。第一部分介绍了实验室的一般规则和安全常识,第二部分详细介绍了有机化学实验的各项基本操作和技术;第三部分系统地介绍了鉴定有机化合物的方法步骤和各项技术;第四部分是供读者实际练习选用的实验内容,包括基本操作实验、合成实验、有机化合物的性质实验、天然产物提取实验及其他共五个方面,列出了 47 个比较典型和适用的实验。在内容选材上注意了典型性、先进性和实用性。在内容安排上,突出了基本操作和基本技术的训练,不仅详细介绍了各种基本操作的实验装置、操作原理和注意事项,而且还吸收了许多适合天然产物研究的微量或半微量的装置和操作技术以及一些可供“因地制宜”利用非标准件自行设计实验装置的参考内容。为了方便读者在实际工作中查找和参考有关内容,在书后以附录形式提供了大量实际工作中经常需用的但不可能都在正文中出现的资料。

由于本书在取材上既充分考虑了教学的需要,又注意了内容的广泛性和实用性,可以说它是一本教学和实用兼备的书;不仅可以作为大专院校及有关自学培训的教学用书,而且可供厂矿、乡镇企业、科技人员在实际工作中作为参考手册使用。

由于本书内容比较丰富和广泛,作为教材时,要根据实际情况和要求加以适当选择。

杨荣军和华金营参加了本书部分内容的誊写工作,特此致谢。

由于时间仓促和编者水平有限,书中错误和不当之处定所难免,敬请读者批评指正。

编 者

一九九五年六月八日

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、实验室的一般规则	(1)
二、实验室的安全知识	(1)
三、实验预习和实验记录	(3)

第二部分 有机化学实验技术

一、基本操作技术	(7)
(一) 仪器的清洗与干燥	(7)
(二) 标准磨口仪器的使用及保养	(8)
(三) 玻璃管的加工	(9)
(四) 塞子的配制	(10)
(五) 称重	(11)
(六) 测量体积	(12)
二、进行化学反应的操作技术	(12)
(一) 加热	(12)
(二) 冷却	(13)
(三) 搅拌	(14)
(四) 加料	(15)
(五) 回流	(15)
(六) 相转移催化技术简介	(16)
三、分离和纯制技术	(20)
(一) 过滤	(20)
(二) 萃取	(21)
(三) 盐析	(25)
(四) 蒸发	(26)
(五) 重结晶	(28)
(六) 升华	(30)
(七) 简单蒸馏	(32)
(八) 分馏	(36)
(九) 减压蒸馏	(42)
(十) 非理想溶液:共沸混合物	(47)
(十一) 水蒸气蒸馏	(49)
(十二) 柱色谱	(54)
(十三) 纸色谱	(71)
(十四) 薄层色谱	(73)
(十五) 气相色谱	(76)
(十六) 高压液相色谱	(78)
(十七) 外消旋体的拆分	(80)
四、洗涤和干燥技术	(85)

(一) 液体的洗涤	(85)
(二) 液体的干燥	(86)
(三) 固体的干燥	(89)
(四) 排除湿气	(89)
(五) 捕集气体	(89)
(六) 干燥气体	(90)
(七) 冰冻干燥	(91)
五、物理常数测定技术	(92)
(一) 熔点测定	(92)
(二) 沸点测定	(97)
(三) 折射率的测定	(99)
(四) 旋光度的测定	(101)
第三部分 鉴定有机化合物的物理和化学技术	
一、有机化合物系统鉴定的一般程序	(104)
(一) 初步审查	(104)
(二) 测定物理常数	(104)
(三) 分子量测定	(104)
(四) 分子式测定	(104)
(五) 溶解度分组	(105)
(六) 化学分类及红外、核磁共振分析	(105)
(七) 文献资料查阅	(105)
(八) 未知物的结论确证	(105)
(九) 未知物鉴定报告的填写	(105)
二、未知样品的初步观察及纯度检验	(109)
三、物理常数及分子量测定	(110)
(一) 物理常数测定	(110)
(二) 分子量测定	(110)
四、分子式测定	(111)
(一) 元素定性分析	(111)
(二) 元素定量分析	(113)
五、溶度和 IR 分类	(115)
(一) 溶解度试验	(115)
(二) 红外(IR)分类	(118)
六、官能团的检识和确认	(120)
(一) 烃类	(120)
(二) 醇类	(124)
(三) 酚类	(125)
(四) 醛和酮	(126)
(五) 羧酸	(126)
(六) 羧酸衍生物	(127)
(七) 胺类	(128)
(八) 醚类	(129)
(九) 硝基化合物	(131)
(十) 单糖	(132)
七、选择制备衍生物	(134)

八、衍生物制备的实验方法	(135)
(一) 卤烃衍生物的制备	(136)
(二) 羟基化合物衍生物的制备	(137)
(三) 醛类和酮类衍生物的制备	(138)
(四) 胺类衍生物的制备	(139)
(五) 羧酸及其衍生物类	(140)
第四部分 实验	
一、基本操作实验	(145)
实验一 塞子的配制及玻璃管加工练习	(145)
实验二 温度计的校正	(145)
实验三 未知物熔点的测定	(146)
实验四 微量法测定沸点	(146)
实验五 蒸馏及溶剂的精制	(146)
实验六 薄层层析练习	(148)
实验七 氨基酸的纸层析	(149)
二、合成实验	(151)
实验八 乙醚的合成	(151)
实验九 正溴丁烷的合成	(152)
实验十 环己烯的合成	(154)
实验十一 环己酮的合成	(155)
实验十二 苯乙酮的合成	(156)
实验十三 己二酸的合成	(157)
实验十四 乙酸乙酯的合成	(158)
实验十五 硝基苯的合成	(160)
实验十六 乙酰苯胺的合成	(161)
实验十七 对甲苯磺酸的合成	(162)
实验十八 甲基橙的合成	(163)
实验十九 乙酰乙酸乙酯的合成	(165)
实验二十 苯乙醚的合成	(167)
实验二十一 肉桂酸的合成	(168)
实验二十二 阿斯匹林的合成	(169)
实验二十三 己内酰胺的制备	(171)
实验二十四 羧甲基淀粉钠的制备	(172)
实验二十五 葡萄糖酸锌的合成	(173)
实验二十六 一种洗涤剂的合成	(173)
实验二十七 驱虫剂“一扫光”的合成	(175)
三、性质实验	(177)
实验二十八 芳烃及烯烃性质实验	(177)
实验二十九 卤代烃的性质实验	(178)
实验三十 醇和酚的性质实验	(178)
实验三十一 醛和酮的性质实验	(180)
实验三十二 羧酸及其衍生物的性质实验	(182)
实验三十三 胺的性质实验	(183)
实验三十四 糖类性质实验	(184)
四、提取实验	(187)

实验三十五	番茄红素和 β -胡萝卜素的提取分离	(187)
实验三十六	丁香挥发油的提取与鉴定	(190)
实验三十七	从茶叶中提取咖啡因	(192)
实验三十八	从烟叶中提取尼古丁	(193)
实验三十九	从黄连中提取黄连素	(195)
实验四十	薯芋皂甙元的提取分离与鉴定	(196)
实验四十一	从牡丹皮中提取丹皮酚	(198)
实验四十二	从胆石中提取胆甾醇	(198)
实验四十三	从猪苦胆中提取胆红素	(200)
实验四十四	从桔子皮中提取黄色素	(201)
实验四十五	从辣椒中提取红色素	(202)
五、其它实验		(203)
实验四十六	外消旋体的拆分	(203)
实验四十七	三苯甲醇的制备及三苯甲基自由基	(204)

参考文献	(208)
------	-------

附 录:

一、常用元素原子量表	(209)
二、常用的酸和碱	(209)
三、常用酸碱溶液密度和组成表	(210)
四、液体密度和波美度对照表	(212)
五、常用有机溶剂沸点、密度表	(213)
六、水的饱和蒸气压	(214)
七、常用缓冲溶液的配制	(214)
八、萃取水溶液用的溶剂	(219)
九、供冷浴用的冰—盐混合物	(220)
十、供热浴用的液体介质	(221)
十一、薄层层析常用吸附剂	(222)
十二、用于层析法的洗脱溶剂	(223)
十三、气相层析法所用的柱载体	(224)
十四、薄层层析及纸层析常用显色剂配制及显色方法	(225)
十五、常用层析滤纸的规格与性能	(229)
十六、国产主要离子交换树脂性能表	(232)
十七、未知物和衍生物表	(237)
十八、主要基团的红外特征吸收峰	(246)
十九、核磁共振谱中质子的化学位移	(256)
二十、关于有毒化学药品的知识	(260)

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、实验室的一般规则

- ①必须遵守实验室的各项制度,听从教师的指导。实验室不准大声喧哗和戏闹。
- ②应经常保持实验室的整洁。在整个实验过程中,应保持桌面和仪器的整洁,应使水槽保持干净。任何固体物质不能投入水槽中,废纸和废屑应投入废纸箱内。废酸和废碱液应小心地倒入废液缸内。
- ③对公用仪器和工具要爱护,应在指定地点使用,用完后恢复原状并保持整洁。对公用药品不能任意挪动。实验时,应爱护仪器和节约药品。
- ④实验过程中,非经教师许可,不得擅自离开。
- ⑤实验完毕离开实验室时,应把桌上的水、电和煤气关闭。

二、实验室的安全知识

(一)实验室意外事故的预防

在任何实验过程中,特别是涉及使用危险化学物质的实验过程中,总有发生意外事故的可能。有机化合物常常是有毒且易燃的;玻璃器皿容易破碎和割伤皮肤;化学物质可能引起灼烧和炎症。不了解实验室安全知识就进入化学实验室的人是拿自己的健康和生命冒险。

下边这些安全规则有助于减少意外事故。

- ①做实验时,要戴上护目镜。
- ②预防火灾。在实验室内不准抽烟,使用低沸点易燃溶剂时,不能用明火。
- ③预防爆炸。有些化合物容易爆炸。例如,有机过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯等,受热和敲击,均可能爆炸。含过氧化物的乙醚蒸馏时,有爆炸的危险,事先必须除去过氧化物。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起强烈的爆炸。另外,仪器装置不正确或操作错误,有时也会引起爆炸。若在常压下进行蒸馏和加热回流,仪器装置必须与大气相通。
- ④预防中毒。除有可靠信息表明无毒者外,应该考虑所有化学试剂的毒害。要避免呼吸挥发性溶剂,特别是象氯仿这样的卤代烃以及其他具有高吸入毒性指数的溶剂蒸气;绝对不要尝化学物质的味道,除非特别需要这样做;拿过化学物质要充分洗手,不允许在实验室内吃东西和喝饮料,因为有偶然沾染毒物的可能;移取液体时不能用嘴吸;要避免化学物质与皮肤、眼睛和衣服接触,因为有些化学物质会伤害身体,另外一些则可能通过皮肤吸收而引起一系列的毒害。
- ⑤预防酸、碱和溴等的灼伤。拿取强酸、强碱、溴和其它有刺激性的化学物质时,要格外小心,绝不允许它们和皮肤、眼睛接触。若这些化学物质因容器破碎或打翻而洒出,要立即用适当的中性试剂和大量的水清洗。

⑥预防玻璃割伤。插入和拔出玻璃管或温度计时,要采用安全的方法。一手握紧塞子,另一手三个手指捏住玻璃管(或温度计),尽量靠近塞子(必要时包上布),将玻璃管(或温度计),旋进或旋出,而不是硬往外拉或往里插,以防偶然折断而刺伤。

⑦在实验室要穿适当的衣服和耐用鞋(不能穿凉鞋、拖鞋),以防有害物质溅到身体上或脚上。长头发要设法收拢起来或剪短,以防火焰烧着。

⑧倒化学物质时,应当用适当的容器并按规定进行。为了安全和保护环境,有机化学品通常不应倒入阴沟里,应尽可能倒入带有标志的废物箱或缸等容器内。

⑨未经教师允许,不得一个人单独在实验室中做实验,或做未经允许的实验。

(二)急救处理

任何涉及中毒或人身伤害的严重意外事故,都应让医生治疗。但是为了减轻来自意外事故的伤害,所有的学生和教师都应当熟悉一些基本的急救常识。

①玻璃割伤:如果伤得不太厉害,应及时挤出出血,用消毒过的镊子取出玻璃碎片(注意若是玻璃进入眼内,则应请专门医生来取出),用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红汞水,再用消毒纱布包扎好;如果伤口较大,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止出血,急送医院处理。

②烧伤:如为轻伤,在伤处涂以苦味酸溶液、玉树油、硼酸油膏或其他烧伤药膏即可;若为重伤,则立即送医院处理。

③酸或碱液进入眼中:应立即用大量清水冲洗。若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,则再用1%硼酸溶液冲洗,最后再用清水冲洗。伤重者,经初步处理后立即送医院治疗。

④溴液溅入眼内:急救处理与上述酸液溅入眼中相同。

⑤皮肤被酸碱或溴液灼伤:被酸碱灼伤时,伤处首先用大量清水冲洗,若为酸液灼伤,再用饱和碳酸钠溶液冲洗;若为碱液灼伤,再用1%的醋酸洗;最后都用水洗后,涂上药用凡士林。被溴液灼伤时,伤处立即用石油醚冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,然后用蘸有甘油的棉花擦,再敷以油膏。

⑥中毒:当接触或偶然吸入化学试剂后,如果咽喉有疼痛或失去知觉等,就应该认为可能是化学中毒。

如果吞食毒物,要马上叫医生或救护车,应让中毒者喝2—4杯水或牛奶,如果安全允许的话,将一个手指放到中毒者的咽喉后部,或让他喝2茶勺温盐水(10g/200ml)或者30ml催吐糖浆,使其呕吐。当中毒者处于痉挛状态或咽喉疼痛严重或有灼烧感,或者毒物既不是石油产品,也不是强酸碱时,都不宜诱其呕吐。呕吐开始时,让病人脸朝下,头低于臀部,到呕吐完为止。若有时间的话,要检查毒物是何物,并给予适当的解毒剂。如果不能鉴别毒物或医生不在场,可让病人服用如下一般解毒剂(1大汤匙,约15g,用半杯热水冲服):2份活性炭,1份氯化镁,1份丹宁酸。如有可能的话,可将毒物保存供医生检查。

如果吸入毒物,把病人带到空气新鲜的地方,并立即找医生来,若病人呼吸困难,可以进行人工呼吸。如果毒物是剧毒物质(HCN、H₂S、光气等),救护人应戴防毒面具。若皮肤被毒物损害,急救处理与化学烧伤的程序相同。

三、实验预习和实验记录

1. 实验记录本 每个学生都必须准备一本装订好的实验记录本,并编上页码,不能用活页本或零星纸张代替,不准撕下记录本的任何一页。如果写错了,可用笔勾掉,但不得涂抹或用橡皮擦掉。文字要简炼明确,书写整齐,字迹清楚。写好实验记录是从事科学实验的一项重要训练。

2. 预习笔记 为了有效地利用实验室的时间和取得好的实验结果,实验前做好充分的准备工作是十分重要的。在做一个实验前,学生必须仔细阅读有关的教材(实验的原理、步骤和用到的实验技术),查阅必要的手册或参考书,并在实验记录本上写好预习笔记。合成实验的预习笔记包括以下内容:①实验目的;②主反应和重要副反应的平衡方程式;③原料、产物和副产物的物理常数;④原料用量(克、毫升、摩尔),计算过量试剂的过量百分数,计算理论产量;⑤正确而清楚地画出仪器装置图;⑥用图表表示整个实验步骤的流程。

试剂的过量百分数、理论产量和产率的计算:在进行一个合成实验时,通常并不是完全按照反应方程式所要求的比例投入各原料,而是增加某原料的用量。究竟过量使用哪一种物质,则要根据其价格是否低廉,反应完成后是否容易去除或回收,能否引起副反应等情况来决定。

在计算时,以相对用量最小的原料为基准计算其他原料的过量百分数。产物的理论产量是假定这个作为基准的原料全部转变为产品时所得到的产量。由于有机反应常常不能进行完全,有副反应,以及操作中的损失,产品的实际产量总比理论产量低。通常将实际产量与理论产量的百分比称为产率。产率的高低是评价一个实验方法以及考核实验者的一个重要指标。

3. 实验记录 在实验过程中,实验者必须养成一边进行实验一边直接在记录本上作记录的习惯,不许事后凭记忆补写,或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括实验的全部过程,如加入药品的数量,仪器装置,每一步操作的时间、内容和所观察到的现象(包括温度、颜色、体积或重量等数据。特别是当观察到的现象和预期不同,以及操作步骤与教材规定的不一致时,要按照实际情况记录清楚,以便作为总结讨论的依据。其他各项,如实验过程中一些准备工作,现象解释,称重数据,以及其他备忘事项,可以记在备注栏内。应该牢记,实验记录是原始资料,科学工作者必须重视。

4. 总结讨论 做完实验以后,除了计算产率,回答指定的问题,还要根据实际情况就产品的质量和数量,实验过程中出现的问题等进行讨论,以总结经验和教训。这是把直接的感性认识提高到理性思维的必要步骤,也是科学实验中不可缺少的一环。

有机化合物的性质实验的预习笔记和记录格式可稍有不同,应根据实验内容来设计不同的表格,主要包括以下几项:①实验项目;②反应原理和反应方程式;③操作步骤;④现象;⑤解释或结论;⑥问题讨论。

5. 实验记录示例

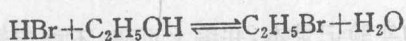
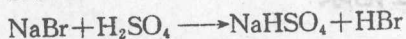
实验一 溴乙烷的制备

实验目的:

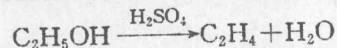
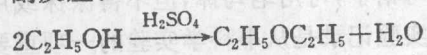
(1)学习从醇制备溴代烷的原理和方法。

(2)学习蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

主反应：



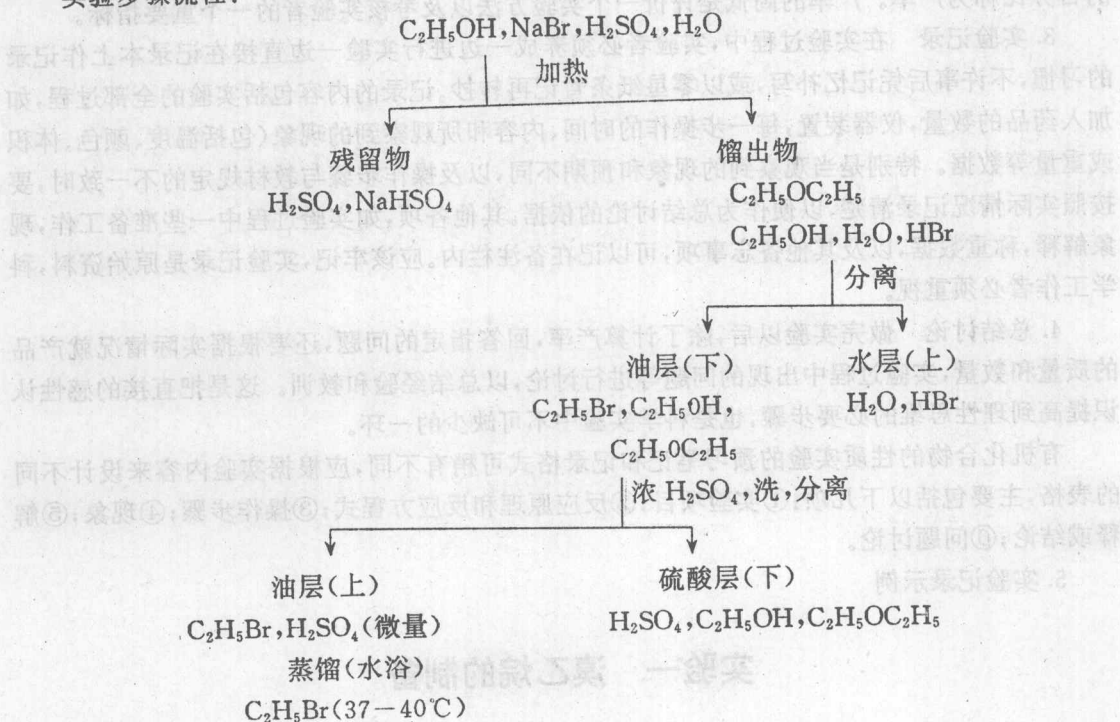
副反应：



物理常数：

名 称	分子量	比 重	熔点 ℃	沸点 ℃	溶解度 g/100g 溶解
乙醇	46	0.789		78.4	水中∞
溴化钠	103				水中 79.5(0℃)
硫酸	98	1.834		340(分解)	水中∞
溴乙烷	109	1.46		38.4	水中 1.06(0℃), 醇中∞
硫酸氢钠	120				水中(0℃), 100(0℃)
乙醚	74	0.708		34.6	水中 7.5(20℃)
乙烯	28			气体	

实验步骤流程：



实验记录:

日期 年 月 日

时间	步 骤	现 象	备 注
8:15	安装反应仪器(图 1—1)		接受器中盛 15ml 水用冰水冷却
8:30	在烧瓶中加入 4.5ml 水, 逐渐加 9ml 浓 H_2SO_4 , 用水浴冷却	放热	
8:40	再加 1ml 95% 乙醇		
8:45	振荡下逐渐加 6.5g $NaBr$, 同时用水浴冷却	固体成碎粒状, 未溶	
9:00	加入三粒沸石开始加热		
9:10		出现大量泡沫	
9:15		冷凝管中有馏出液	
9:20		乳白色油状物沉在水底	
10:10		固体消失	
10:20	停止加热	馏出液中无油滴 瓶中残留物冷却成无色晶体	用试管盛少量水试验是 N_2HSO_4
10:30	用分液漏斗分出油层		油层 8ml
10:35	油层用冰水冷却, 滴加 3ml 浓 H_2SO_4 , 振荡后静置	油层(上)变透明	
10:50	分去下层硫酸		
10:05	安装好蒸馏装置(图 1—2)		
11:10	水浴加热, 蒸馏油层		接受瓶 42.0g
11:20		开始有馏出液 $38^\circ C$	接受瓶+溴乙烷 47.6g
11:35		$39.5^\circ C$ 蒸完	溴乙烷 5.6g

产品: 溴乙烷, 无色透明液体, 沸程 $38-39.5^\circ C$, 产量 5.6g, 产率 82%。

讨论: 本次实验的产品产量和质量基本上合格。产品用浓硫酸洗涤时有发热现象, 表明粗产品中副产物(乙醚, 乙醇或水分)过多。这可能是反应时加热太猛, 使副反应增加。也可能由于油水分离不彻底, 粗产物中混进了一点水。溴乙烷沸点很低, 硫酸洗涤时发热使一部分产品挥发损失, 造成产率降低。

计算:

名称	实际用量	理论量	过量	理论产量
95% 乙醇	4g 5ml 0.083mol	0.063mol	31%	
$NaBr$	6.5g 0.063mol			
浓 H_2SO_4 (96%)	9ml 0.16mol	0.063mol	154%	
C_2H_5Br		0.063mol		6.85g

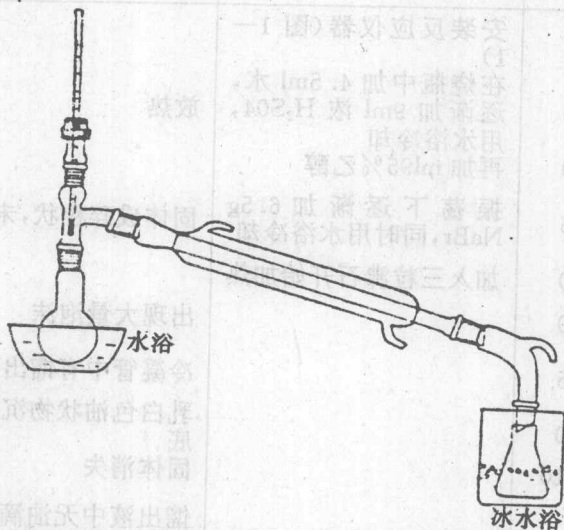


图 1—2 制备溴乙烷的蒸馏装置

第二部分 有机化学实验技术

一、基本操作技术

(一)仪器的清洗与干燥

1. 仪器的清洗 应该养成仪器用完立即洗净的习惯。这样,不但容易洗净,而且由于了解残渣的成因和性质,便于找出处理残渣的方法。例如,碱性残渣和酸性残渣分别用酸和碱液处理,就可能将残渣洗去。时间长了,就会给洗刷带来很多困难。

洗刷仪器最简单的方法是用毛刷和去污粉擦洗。洗刷时,不能用秃顶的毛刷,也不能用力过猛,否则会戳破玻璃仪器。洗刷后,要用清水把仪器冲洗干净。焦油状物质和碳化残渣,用去污粉、强酸或强碱液常常洗刷不掉,这时需用铬酸洗液。

铬酸洗液的配制方法如下:在一个 500ml 烧杯内,把 10g 重铬酸钠溶于 10ml 水中,然后在搅拌下慢慢加入 200ml 浓硫酸。加硫酸过程中,混合液的温度将升高到 70—80℃。待混合液冷却到 40℃ 左右时,倒入干燥的磨口严密的细口试剂瓶中保存。新配制的铬酸洗液呈红棕色,经长期使用变成绿色时,表明已失效。铬酸洗液是强酸和强氧化剂,有腐蚀性,使用时应注意安全。

在使用铬酸洗液前,应把仪器上的污物,特别是还原物质,尽量洗净。尽量把仪器内的水倒净,然后慢慢倒入洗液,让洗液充分地润湿未洗净的地方,放置几分钟后,不断地转动仪器,使洗液能够充分地浸润有残渣的地方,洗毕将多余的洗液倒回原来的瓶中。然后加入少量水,振荡后,把洗液倒入废液缸内。最后用清水把仪器冲洗干净。若污物为碳化残渣,则加入少量洗液或浓硝酸,把残渣浸泡几分钟,再用适当热源如电吹风,电热套等均匀地加热该处,到洗液开始冒气泡时为止。然后再进行洗刷。

带活塞和磨口的玻璃仪器,洗净后擦干,在活塞和磨口之间垫上纸片,以防活塞丢失,弄乱或粘结。

2. 仪器的干燥 在有机化学实验中,常常需要用干燥的仪器。因此,在仪器洗净后,还应进行干燥。事先把仪器干燥好,以免临用时来不及干燥。下面介绍几种简单的干燥仪器的方法。

(1) 晾干 在有机化学实验中,应尽量采用晾干法。仪器洗净后,先尽量倒净其中的水滴,然后晾干。例如,烧杯可倒置于柜子中;蒸馏烧瓶、锥形瓶和量筒可倒套在试管架的小木桩上;冷凝管可用夹子夹住,竖放在柜子里。

(2) 在烘箱中烘干 一般用电烘箱,烘箱温度可保持在 100~120℃。仪器放入前要尽量倒净其中的水。仪器放入时口应朝上。若仪器口朝下,有时可能会发生如下事故:从仪器内流出来的水珠滴到别的已烘干的仪器上而使其炸裂。用坩埚钳子把已烘干的仪器取出来,放在石棉板上任其冷却;注意别让烘得很热的仪器骤然碰到冷水或冷的金属表面,以免炸裂。厚壁仪器如量筒、吸滤瓶等,不宜在烘箱中烘干,冷凝管也不宜在烘箱中烘干。分液漏斗和滴液漏斗,则必须在拔去盖子和活塞后,才能放入烘箱中烘干。

(3) 用热空气吹干

a. 电吹风热风吹干:少量小型玻璃仪器(如烧杯、烧瓶、锥形瓶、试管等),可用电吹风热风吹干。

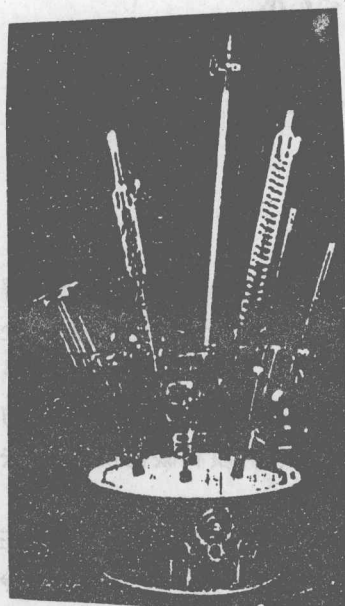


图 2—1 气流干燥器

b. 用气流干燥器吹干:最快速方便的烘干设备是气流干燥器,其结构如图 2—1。使用时将要烘干的玻璃器皿插到气流嘴(管)上,打开电源,通过电加热的空气流由风扇驱动通到器皿内,即可干燥。

c. 用热空气吹干:空气从吹风机或空气压缩机中吹出,经过一个加热装置后,用玻璃管通到需要干燥的仪器内。冷凝管和蒸馏烧瓶可用此法干燥。

d. 用有机溶剂干燥:体积小的仪器急需干燥时,可采用此法。洗净的仪器先用少量酒精洗涤一次,再用少量丙酮洗涤,最后用空气吹干(不必加热)。用过的溶剂应倒入回收瓶。

(二)标准磨口仪器的使用及保养

图 2—2 为一些常用的标准磨口玻璃仪器。标准磨口仪器是根据国际通用的技术标准全部用硬质料制造的,配件比较复杂,品种类型以及规格较多,编号有 10、14、19、24、29 等多种,数字是指磨口塞子最大外径(mm 计)或磨口管的最大内径。有的磨口玻璃仪器用两个数字表示,例如 20/40 分别表示磨口最大外径或内径为 20mm,磨口长度为 40mm(见图 2—3)。凡属同类型编号规格的接口均可任意互换。由于磨口塞的标准化、通用化、可按需要选配和组装各种型式式的配套仪器。

当编号不同而无法连接时,可通过不同编号的磨口接头连接起来。

使用标准口玻璃仪器时要注意:

(1)必须保持磨口表面清洁,特别不能沾有固体杂质,否则磨口不能紧密连接。硬质沙粒还会给磨口表面造成永久的损伤,破坏磨口的严密性。

(2)装配仪器时,首先选定主要仪器(如圆底烧瓶或三口烧瓶)的位置,夹牢。然后逐个地连上其他部件,按

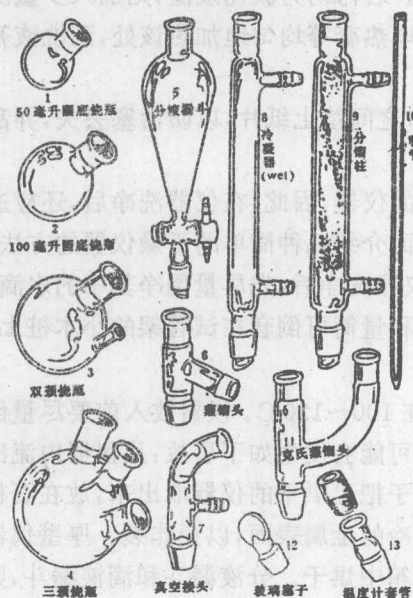


图 2—2 一些标准磨口玻璃仪器

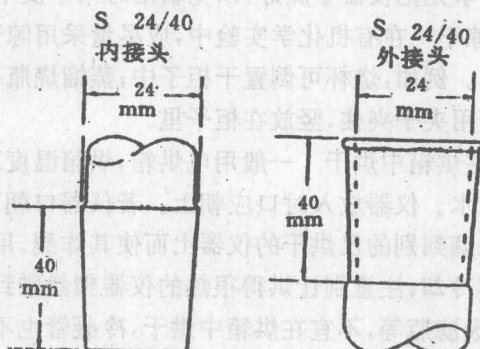


图 2—3 标准磨口大小的表示方法

照其自然的位置——夹牢,保证磨口连接处不受到应力。拆卸时则按相反的顺序逐个地拆除;在松开一个夹子时必须先用手托住所夹的部件,特别是倾斜安装的部件,决不能使仪器的重量对磨口施加侧向压力,否则磨口易于破损。

夹子的双钳必须有软垫(石棉绳、布条、橡皮等),决不能让金属与玻璃直接接触。

(3)标准磨口仪器使用完后必须立即拆卸、洗净,各个部件分开存放,否则磨口的连接处会发生粘结,难于拆开。非标准磨口部件(如滴液漏斗的活塞)不能分开存放,应在磨口间夹上纸条以免日久粘结。并用橡皮绳栓牢,以防丢失、弄乱。

盐类或碱类溶液会渗入磨口连接处,蒸发后析出固体物质,易使磨口粘结,所以不宜用磨口玻璃仪器长期存放这些溶液。使用磨口装置处理这些溶液时,应在磨口处涂润滑剂。

(4)在常压下使用时,磨口一般勿需润滑,以免污染反应物或产物,但为防止粘结,也可在磨口靠大端的部位涂敷很少量的润滑脂(真空活塞脂或硅脂)。

在涂润滑脂之前,应将仪器洗刷干净,磨口表面一定要干燥。

从内磨口涂有润滑脂的仪器中倾出物料前,应先将磨口表面的润滑脂用脱脂棉或滤纸蘸石油醚、乙醚、丙酮等易挥发的有机溶剂将其擦拭干净,以免物料受到污染。

(5)只要正确遵循使用规则,磨口很少会打不开。一旦发生粘结,可采用取如下措施:

- 将磨口竖立,往上面缝隙间滴甘油。如果甘油能慢慢地渗入磨口,最终能使连接处松开。
- 用热毛巾包裹,用热风吹,或在教师指导下小心地用灯焰烘烤磨口的外部几秒钟(仅使外部受热膨胀,内部还未热起来),再试验能否将磨口打开。
- 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,粘结的磨口就不易打开了。

(三)玻璃管的加工

1. 玻璃管的截断 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。锉痕的操作是: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的地方,右手持小三角钢锉,把小三角钢锉的棱边放在要截断的地方,用力锉出一道凹痕,凹痕约占管周的1/6。锉痕时只向一个方向即向前或向后锉去,不能来回拉锉。折断的操作是,两手分别握住凹痕的两边,凹痕向外,两个拇指分别按在凹痕的前面的两侧,用力急速轻轻一压带拉,就在凹痕处折成二段,如图2—4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。

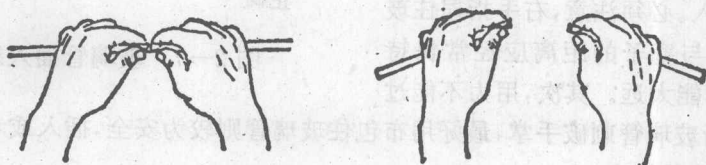


图2—4 玻璃管的折断

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,所以要把断口在灯焰上烧光滑。