

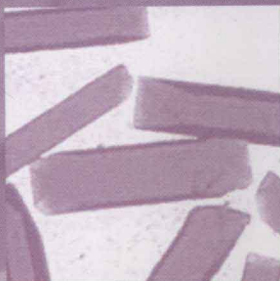
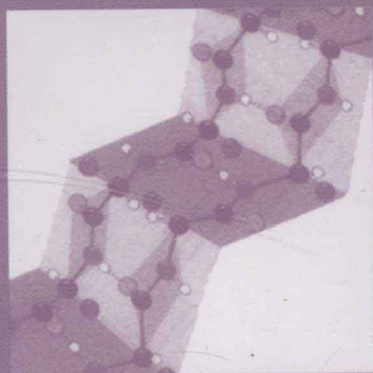
高职高专“十一五”规划教材



Organic
Organic Chemistry

有机化学 (实验部分)

主 编 蒙保俐



华东师范大学出版社

高职中专 十一五 规划教材

有机化学(实验部分)

主 编 蒙保俐

Organic Chemistry

学院图书馆
书 章

华东师范大学出版社

第 10 章 有机化学实验

10.1 有机化学实验的一般知识	(221)
10.1.1 有机化学实验的目的和意义	(221)
10.1.2 有机化学实验的一般注意事项	(221)
10.1.3 有机化学实验的学习方法	(222)
10.1.4 有机化学实验事故的预防和处理	(223)
10.1.5 有机化学实验常用仪器	(225)
10.1.6 有机化学实验中常用的装置	(228)
10.1.7 有机化学药品常识	(231)
10.2 有机化学实验基本操作	(231)
10.2.1 玻璃管的简单加工	(231)
10.2.2 干燥	(233)
10.2.3 加热、冷却和搅拌	(235)
10.2.4 萃取和洗涤	(237)
10.2.5 重结晶和过滤	(238)
10.2.6 升华	(240)
10.2.7 熔点的测定	(241)
10.2.8 蒸馏及沸点的测定	(242)
10.2.9 水蒸气蒸馏	(244)
10.2.10 减压蒸馏	(245)
10.2.11 分馏	(245)
10.2.12 液体化合物折光率的测定	(246)
10.2.13 两种物理分析方法简介	(247)
10.3 有机化学实验项目	(250)
实验 1 玻璃管加工操作和洗瓶装配	(250)
实验 2 熔点和沸点的测定	(252)
实验 3 芳香烃的性质	(253)
实验 4 醇、酚、醚的化学性质	(255)

实验 5	醛、酮的性质及其鉴定	(256)
实验 6	羧酸及其衍生物的性质	(258)
实验 7	胺的性质	(260)
实验 8	碳水化合物的性质和检验	(262)
实验 9	硝基苯的制备	(263)
实验 10	乙酰水杨酸的制备	(265)
实验 11	乙酸乙酯的合成	(266)
实验 12	丙酮与甲苯混合物的分离	(267)
实验 13	从茶叶中提取咖啡因	(268)
实验 14	从红辣椒中提取辣椒红色素	(270)
主要参考书目		(272)
附录 1	常用溶剂的物理常数	(273)
附录 2	常用干燥剂的性能与应用范围	(274)
附录 3	一些可燃物的自燃点	(275)
附录 4	地面水中有害有机化合物的最高允许浓度	(275)
附录 5	元素的相对原子质量表(1997 年)	(276)

第 10 章 有机化学实验

有机化学是化工、材料、医学、制药等专业的重要基础课。有机化学是以实验为基础的一门学科,重视和学好有机化学实验是学好有机化学的前提和基础。本章首先介绍有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作,然后介绍 14 个具体的实验项目。

10.1 有机化学实验的一般知识

10.1.1 有机化学实验的目的和意义

有机化学实验一方面可加深理解理论教学中的原理,另一方面可使同学们掌握化学实验的基本技能,提高动手能力,激发创新意识,启迪开拓精神。高等职业技术学院和高等专科学校开设有机化学实验课程应达到如下目的:

- ① 熟悉有机化学实验的一般知识,掌握有机化学实验操作的基本技能,培养实际动手能力。
- ② 熟悉常见有机化合物的性质,掌握重要有机化合物的鉴别方法,巩固有机化学的基本理论知识。
- ③ 学会常用有机化学实验装置的安装与操作,掌握常用的有机化合物的制备、分离和提纯方法,培养正确观察实验现象,准确测量、记录实验数据,科学地表达实验结论,规范、正确填写实验报告的能力。
- ④ 培养分析、处理实验中实际问题的综合能力,培养创新能力。
- ⑤ 培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度和严谨认真的工作作风。

10.1.2 有机化学实验的一般注意事项

为达到开设有机化学实验课程的目的,保证实验课正常、有效、安全地进行,提高实验课的教学质量,同学们必须遵守下列规则:

- ① 进入实验室之前,必须认真阅读实验教材,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。
- ② 实验中严格遵守操作规程,如要改变操作程序,必须经指导教师同意;实验中要认真、仔细地观察实验现象,如切实做好记录。
- ③ 每次实验仪器装好后,经指导教师检查合格,方可进行下一步操作。
- ④ 在实验过程中,不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。实验室内不能吸烟和吃东西。
- ⑤ 公用仪器用完后,须放回原处;药品取完后,须及时将盖子盖好,保持药品台清洁。

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(如沸石、棉花等)应倒在垃圾桶内,千万不要倒在水池中,以免堵塞。

⑥ 保持实验室的环境卫生,实验结束后,将个人实验台面清理干净,仪器洗净放好,拔掉电源插头。请指导教师检查、签字后方可离开实验室。

10.1.3 有机化学实验的学习方法

我国著名化学家卢嘉锡教授曾说过,科学工作者应具备“C3H3”,即“clear head(清醒的头脑)”、“clever hand(灵巧的双手)”和“clean habit(整洁的习惯)”。有机化学实验是一门实践性较强的课程,对培养同学们独立工作的能力具有重要作用。为了达到实验的最终目的,应做好下面三个方面的工作:

一是实验前预习。实验前预习是有机化学实验的重要环节。要认真阅读实验教材及相关参考资料,明确实验目的、原理,清楚实验内容和实验方法,以及实验所需的仪器、药品等,牢记实验条件和有关的注意事项,做到心中有数。

二是实施实验。实验是培养独立工作和思维能力的重要环节,必须认真地完成。同学们应做到:

① 按时进入实验室,认真听取指导教师讲解实验和回答问题。

② 实验仪器装配完毕后,经指导教师检查同意,方可接通电源进行实验。

③ 实验过程中要仔细观察实验现象,实事求是地记录实验数据,特别要及时并真实地记录:加入原料的量、顺序、颜色;温度改变后,反应液颜色有无变化、有无沉淀及气体出现;产品的量和颜色、熔点、沸点和折光率等数据。记录要与操作一一对应,表达要简明准确,书写清楚。

④ 实验中应保持良好的秩序。不迟到、不早退,不无故缺席,不大声喧哗、打闹,不随便走动,不乱拿仪器药品,爱护公共财物,保持实验室的卫生。

⑤ 不在实验室内进行与本实验无关的活动,未经批准不得动用与本实验无关的设备器材及化学药品。

⑥ 实验结束后,仪器、设备、工具等应妥善保管,如数清点归还。

三是撰写实验报告。同学们应独立完成实验报告,并按规定时间送交指导教师批阅。实验报告的内容包括实验项目名称、目的、简明原理、实验装置简图、简单操作步骤、数据处理和结果讨论。撰写实验报告是提高综合能力的重要环节,务必认真对待。有机化学实验报告格式如下:

实验项目 _____

_____ 年 _____ 月 _____ 日

实验者 _____

一、实验目的:

二、实验基本原理:

三、仪器、试剂及装置:

四、实验步骤:

五、实验结果分析:

六、实验改进建议:

10.1.4 有机化学实验事故的预防和处理

有机化学实验使用的试剂和溶剂,大多数易燃、易爆,而且有一定的毒性。虽然我们在设计实验时,尽量选用毒性低的试剂,但如果不注意操作规范仍然会对人体造成一定的伤害。因此,防火、防爆、防中毒、防止割伤和灼伤、安全用电是有机化学实验中的重要问题。如何来防止这些事故的发生以及发生后应采取什么样的急救措施,是每一个化学实验者必须掌握的知识。

一、防火

实验中能引起着火的原因很多,为了防止着火,实验中应注意以下几点:

① 不能用烧杯或敞口容器加热和盛装易燃、易挥发的化学药品。加热时应根据实验要求和易燃物质的特性,选择正确的加热方法和热源。

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,及时排出室内的有机蒸气。

③ 实验室内不得存放大量易燃、易挥发性物质。

④ 应经常检查煤气管道和阀门是否漏气。

⑤ 一旦发生着火,应沉着镇静地及时采取正确措施,控制火势的扩大。首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。在各种灭火器中,实验室常用的是干粉灭火器;二氧化碳灭火器适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用;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;泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染,给后面处理带来麻烦。因此,后两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器,都应从火的周围开始向中心扑灭。身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快)将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

注意,水在大多数情况下不能用来扑灭有机物的着火。因为有机物一般都比水轻,泼水后,火不但不熄,反而会漂浮在水面上继续燃烧并随水的流动迅速扩散。若火势过大或危及范围扩大,应及时呼叫 119 请求救援。

二、防爆

实验室发生爆炸事故一般有两种情况:一是某些化合物容易发生爆炸;二是仪器安装不正确或操作不当。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,应严格遵守操作规程。

② 反应过于猛烈时,应控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

③ 在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否破损。

④ 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查反应装置是否被堵塞。如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,不能用平底烧瓶、锥形瓶等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶,因为其平底处不能承受较大的负压。

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。

⑦ 必要时可设置防爆屏。

三、防中毒

多数化学药品都具有一定的毒性,使用时必须注意安全。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。预防中毒应做到:

① 首先查阅有关资料,对所操作试剂的毒性有尽可能详细的了解。

② 试剂取用后立即盖好瓶塞,以防止蒸气大量挥发;保持室内空气流通,使空气中的有毒气体浓度降至允许浓度以下。

③ 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触有毒药品。做完实验后,应先洗手后再吃东西。任何药品都不能用嘴尝。对沾染过有毒物质的仪器和用具,实验完毕应立即采取适当方法处理以消除其毒性。

④ 使用和处理有毒物质时,应在通风柜中进行,并戴好防护用品。

⑤ 若吸入毒气而发生中毒事件,应区别症状的轻重作不同处理。若中毒者出现窒息、头昏、恶心等轻微中毒症状,应停止实验,到空气新鲜处做一做深呼吸,待恢复正常后,改善实验场所的通风状况,再重新开始实验;若实验者中毒昏倒,应迅速将其抬到空气新鲜的地方休息,最好平卧;若出现较严重的症状,如皮肤出现斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大等应及时送往医院治疗。

四、防灼伤

皮肤接触了高温、具有腐蚀性物质后均可能被灼伤。因此在接触这些物品时,最好戴上橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

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

② 酸灼伤时,先用大量的清水冲洗,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,应立即用大量的清水冲洗,再用酒精清洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,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红花油,然后搽烫伤膏。

⑤ 除金属钾、钠以外的任何药品溅入眼内,应立即用大量的清水冲洗,并及时去医院治疗。

五、防割伤

有机实验主要使用玻璃仪器,稍不注意易被破碎的玻璃割伤,因此使用玻璃仪器的基本原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力或扭力,以免玻璃破裂。装配仪器用力处远离连接部位;仪器口径不合不能勉强连接;玻璃折断面应烧圆滑,不能有棱角。如果不慎发生割伤事故要及时处理,先将伤口处的玻璃碎片取出,若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口,再涂上红药水,撒上止血粉用纱布包扎好。伤口较大或割破了主血管,则应该用力按住主血管,防止大出血,并及时送医院治疗。

预防玻璃割伤,要注意玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔以消除棱角;注意仪器的配套;按规范进行实验操作。

此外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、药棉等急救用具。

六、安全用电

实验室中应注意安全用电,防止由于用电不当造成人身伤害。进入实验室应注意以下几点:

- ① 了解水、电、气的开关位置在何处,掌握它们的使用方法。
- ② 不能用湿手或用手握住湿物去插或拔电源插头。
- ③ 使用电器前,应该检查线路连接是否正确无误,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。
- ④ 室内若有易燃易爆气体,应避免产生电火花。电源插头接触不良,应及时修理或更换。在电器仪表使用过程中,如发现有不正常声响,局部升温或嗅到绝缘漆焦味应立即切断电源,并报告教师进行检查处理。

⑤ 电线、电器设备不要被水淋湿或浸在导电液体中。

⑥ 实验做完后,应先关掉电源,再去拔插头。

七、危险废弃物的处理

1. 固体废弃物的处理

有机化学实验室里的固体废弃物,应放入指定废弃物的容器里。有毒性的废弃物应放入有特别标志的容器里。

2. 水溶性废弃物的处理

水溶性废物,只有那些无毒的、中性的、无味道的才可以直接倒入水槽流入下水道;强酸或强碱性物质在丢弃前应加以中和,方可倒入水槽,并且用大量水冲洗干净;任何能够与稀酸或稀碱反应的物质,都不能倒入下水道,以免污染水源和土壤。

3. 有机溶剂的处理

有机溶剂通常不溶于水,有很强的易燃性。因此废弃的有机溶剂应倒入贴有相应标签的容器,进行集中处理,而不应当倒入下水道。

此外,使用危险化学药品时要辨别其外包装上的标识,掌握其性质防止事故发生。危险化学药品在其外包装上,都有一些明显的图案,这些图案都采用国际通用标志,应牢记这些符号,见图 10-1-1。

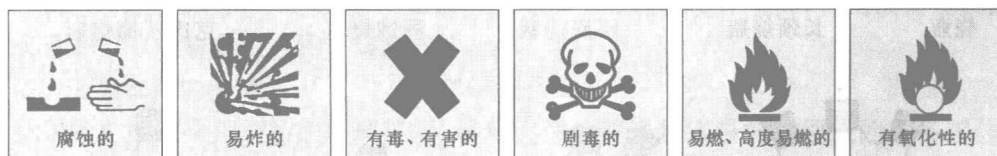


图 10-1-1 危险物通用标志

10.1.5 有机化学实验常用仪器

有机化学实验所用仪器主要是玻璃仪器,其中有普通玻璃仪器、标准磨口玻璃仪器和非

标准磨口仪器三类。对于常用玻璃仪器,同学们应该熟悉其名称与功能,并学会正确使用、清洗、干燥和保管。

有机实验常用玻璃仪器见图 10-1-2。



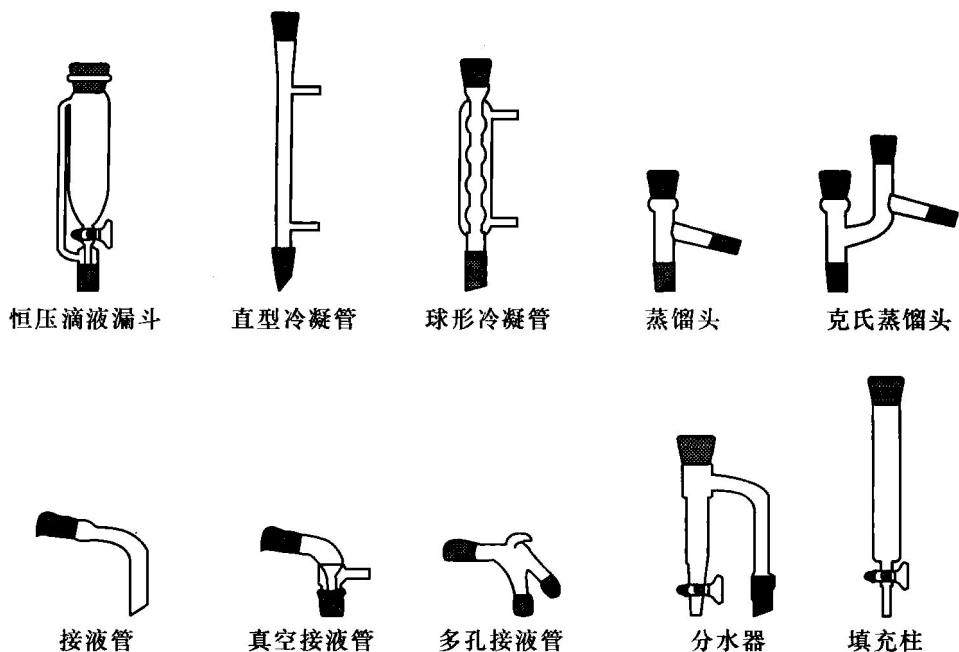


图 10-1-2 有机实验中常用的玻璃仪器

一、标准磨口玻璃仪器的使用

标准磨口玻璃仪器是具有标准化磨口或磨塞的玻璃仪器。凡属于同种规格的接口,均可任意连接,各部件能组装成各种配套仪器。使用该类玻璃仪器时应注意以下几点:

- ① 磨口塞应保持清洁,使用前宜用软布揩拭干净,但不能附上棉絮。
- ② 使用前在磨口塞表面涂少量凡士林或真空油脂,以增强磨口的密合性,避免磨面的相互磨损,同时也便于接口的拆装。
- ③ 装配时,把磨口和磨塞轻轻地对旋连接,不宜用力过猛,只要达到润滑密闭要求即可。
- ④ 用后应立即拆卸洗净。否则,对接处常会粘牢,以致拆卸困难。
- ⑤ 装拆时应注意相对的角度,不能在角度有偏差时进行硬性装拆,否则极易造成破损。磨口套管和磨塞应该是由同种玻璃制成的。

二、玻璃仪器的洗涤

化学实验必须使用清洁的玻璃仪器,玻璃仪器的洗涤是实验前必须做的准备工作。仪器洗涤是否符合要求,对实验结果有影响。常规玻璃仪器的洗涤方法是:

- ① 先将手用肥皂洗净,避免手上的油污附在仪器上,增加洗刷的困难。
- ② 肥皂液、洗衣粉、去污粉,用于可以用刷子直接刷洗的仪器,如烧杯、锥形瓶、试剂瓶等;洗液多用于不使用刷子洗刷的仪器,如滴定管、移液管、容量瓶、蒸馏器等形状特殊的仪器,也用于洗涤长久不用的杯皿器具和刷子刷不到的结垢;有机溶剂常用来洗涤油脂类

污物。

③ 一个干净的玻璃仪器,应该以洗后不挂水珠为度。如仍能挂住水珠,还需重新洗涤。用蒸馏水冲洗时,要顺壁冲洗并充分震荡。

三、玻璃仪器的干燥

有机化学实验多数在无水状态下进行,若反应器皿中带有水分,往往导致实验的失败。干燥玻璃仪器的方法有以下几种:

1. 自然干燥(风干)

把已洗净的玻璃仪器在干燥架上自然风干,这是常用且简单的方法。但必须注意,若玻璃仪器洗得不够干净时,水珠不易流下,干燥则较为缓慢。

2. 烘干

把已洗净的玻璃仪器由上到下放入烘箱中,一般要求不带水珠,器皿口侧放。带有磨砂口玻璃塞的仪器,必须取出瓶塞才能烘干,玻璃仪器上附带的橡胶制品在放入烘箱前一定要取下。通常烘箱内的温度保持在 105°C 左右,烘干时间约半小时。关闭电源后,待烘箱内的温度降至室温时才能打开烘箱,取出仪器。切不可把很热的玻璃仪器取出,以免骤冷而破裂。如因急用,在烘箱温度较高时取出玻璃仪器或器皿时,应先将玻璃仪器或器皿放在石棉网上,使其慢慢冷却至室温后方可使用。当烘箱已工作后,不能再往上层放入湿的器皿,以免水滴下落,使热的器皿骤冷而破裂。特别注意,不能将有刻度的容量仪器如量筒、量杯、容量瓶、移液管、滴定管等放入烘箱内烘干,吸滤瓶等厚壁器皿也不能放入烘箱内烘干。

3. 吹干

有时仪器洗涤后需要立即使用,可使用吹干,即用气流干燥器或电吹风把仪器吹干。首先将水尽量晾干后,加入少量丙酮或乙醇摇洗并倾出,先通入冷风吹 $1\sim 2\text{ min}$,待大部分溶剂挥发后,再吹入热风至完全干燥为止,最后吹入冷风使仪器逐渐冷却。

四、玻璃仪器的消毒和灭菌

消毒是指使用消毒剂杀灭物体表面和内部的病原菌营养体的方法;而灭菌是指用物理和化学方法杀死物体表面和内部的所有微生物,使之呈无菌状态。对于食品、医药行业的一些实验,往往对洗净、干燥后的容器还要进行灭菌处理。常用的灭菌方法有湿热灭菌法和干热灭菌法。

湿热灭菌法包括:煮沸法、流通蒸气灭菌法、间歇灭菌法、巴氏消毒法、高压蒸气灭菌法。干热灭菌法包括:干烤法、烧灼法和焚烧法、红外线法和微波法。在同样温度下,干热灭菌比湿热灭菌的效果差,且需要更高的温度和时间。

10.1.6 有机化学实验中常用的装置

有机实验中常用的装置有回流装置、蒸馏装置、气体吸收装置、搅拌装置等。

一、回流装置

很多有机反应需要在沸点附近进行,这时就要用回流装置。图 10-1-3 中,a、b、c、d 分别是:普通加热回流装置、防潮加热回流装置、可吸收反应中生成气体的回流装置、回

流时可以滴加液体的回流装置。回流加热前应先放入沸石,并根据瓶内液体的沸腾温度,选用水浴、油浴或石棉网直接加热等方式。回流的速度应控制在液体蒸气浸润不超过两个球为宜。

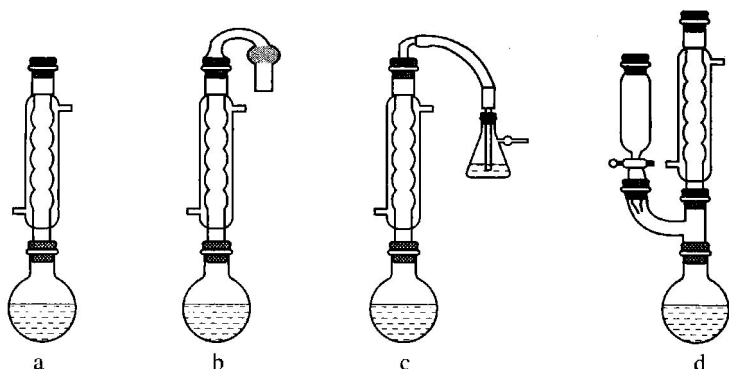


图 10-1-3 回流装置

二、蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体或除去有机溶剂的常用方法。几种常用的蒸馏装置,可用于不同要求的蒸馏。图 10-1-4 是普通的,也是最常用的蒸馏装置,由于这种装置出口处与大气相通,可能逸出蒸馏蒸气。若蒸馏易挥发的低沸点液体时,需将接液管的支管连上橡皮管,通向水槽或室外。支管口接上干燥管,可以进行防潮的蒸馏。图 10-1-5 是利用空气冷凝的蒸馏装置,常用于蒸馏沸点在 140°C 以上的液体。图 10-1-6 是蒸除大量溶剂的装置,由于液体可从滴液漏斗中不断地加入,这样既可调节滴入量和蒸出的速度,又可避免使用较大的蒸馏瓶。

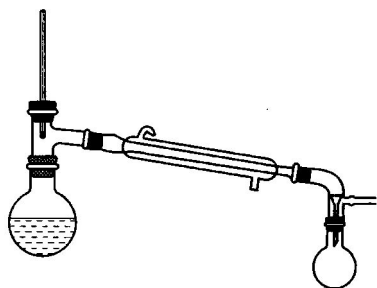


图 10-1-4 普通的蒸馏装置

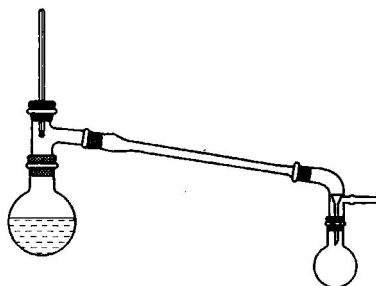


图 10-1-5 空气冷凝蒸馏装置

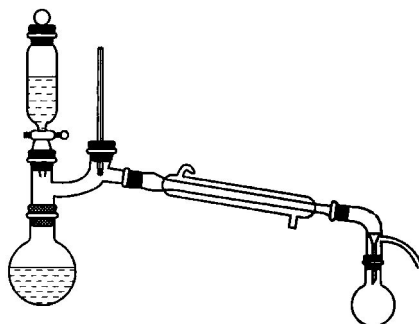


图 10-1-6 大容量蒸馏装置

三、气体吸收装置

气体吸收装置用于吸收反应过程中生成的有刺激性和水溶性的气体(如 HCl 、 SO_2 等)。图 10-1-7 表示的是几种常见的气体吸收装置,其中装置 a 和 b 在吸收少量气体时使用。使用装置 a 时,玻璃漏斗应略微倾斜,使漏斗口一半在水中,一半在水面上。这样,既能防止气体逸出,亦可防止水被倒吸至反应瓶中。若反应过程中有大量气体生成或气体逸出很快时,可使用装置 c,这样水自上端流入抽滤瓶中,在恒定的平面上溢出。粗的玻璃管恰好伸入水面,被水封住,以防止气体逸入大气中。

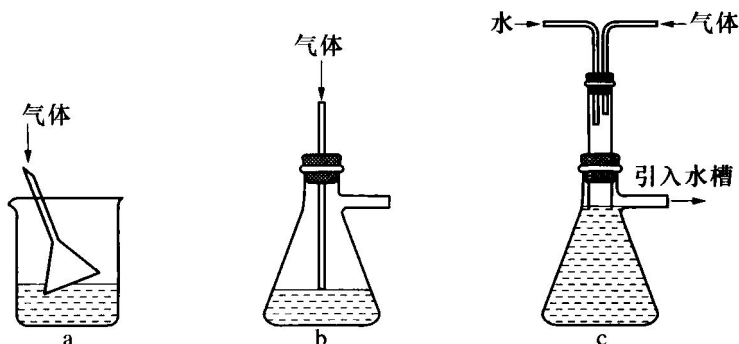


图 10-1-7 气体吸收装置

四、搅拌装置

在有机反应中,为了尽可能使反应物迅速均匀地混合,以避免因局部过浓、过热而导致其他副反应发生或有机物的分解,需进行搅拌操作。在许多合成实验中使用搅拌装置不但可以较好地控制反应温度,也能缩短反应时间和提高产率。常用的搅拌装置如图 10-1-8 所示。装置 a 是可同时进行搅拌、回流和自滴液漏斗加入液体的实验装置;装置 b 是可同时测量反应温度的装置;装置 c 是带干燥管的搅拌装置;装置 d 是磁力搅拌装置。

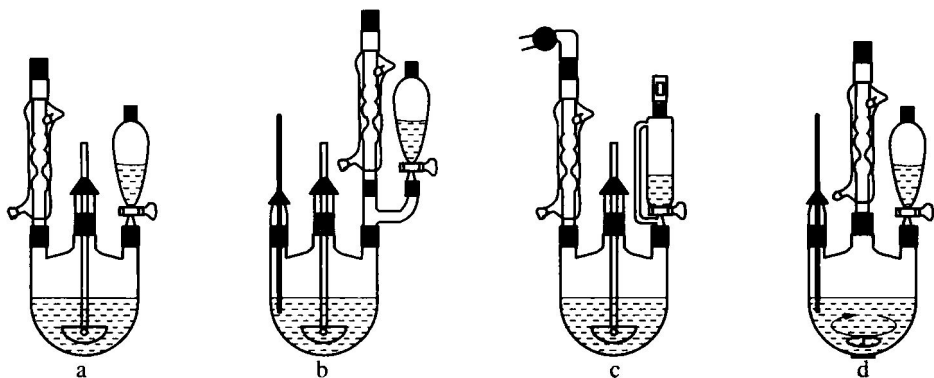


图 10-1-8 搅拌装置

五、仪器安装方法

有机实验常用的仪器有多种类型,需要把它们装配起来,才能进行各类实验。仪器安装时,一般用铁夹将仪器依次固定于铁架台上,铁夹的双钳应贴有橡皮、绒布等软性物质或缠

上石棉绳、布条等。用铁夹夹玻璃器皿时,先用手指将双钳夹紧,再拧紧铁夹螺丝,做到不松不紧。

安装仪器遵循的总原则是:先下后上,从左到右;正确、整齐、稳妥、端正;其轴线应与实验台边沿平行。

10.1.7 有机化学药品常识

有机化学药品称为有机试剂,它与一般的无机试剂在性质上有很大的差别。有机试剂往往易燃、易爆,普遍具有毒性和腐蚀性。有机试剂按其纯度不同,可分为四种规格,见表 10-1-1。试剂的规格越高,纯度也越高,价格就越贵。凡较低规格试剂可以满足要求,就不要用高规格试剂。在取用试剂时要核对标签以确认所用试剂规格无误。松动、脱落的标签要重新贴好。分装试剂要随手贴上标签。

表 10-1-1 国产试剂的规格

试剂级别	中文名称	代号及英文名称	标签颜色	主要作用
一级品	保证试剂 “优级纯”	G. R.	绿	用作基准物质,用于分析鉴定及精密的科学研究
二级品	分析试剂 “分析纯”	A. R.	红	用于分析鉴定及一般性科学研究
三级品	化学纯试剂 “化学纯”	C. P.	蓝	用于要求较低的分析实验和要求较高的合成实验
四级品	实验试剂	L. R.	棕、黄或其他	用于一般性合成实验和科学研究

10.2 有机化学实验基本操作

10.2.1 玻璃管的简单加工

在有机化学实验中,常需要将玻璃管制成各种形状和规格的配件去装配仪器,因此,掌握玻璃管的简单加工方法,是实验者应具备的基本技能之一。

一、玻璃管(棒)的切割

在切割玻璃管(棒)时,应选择干净的玻璃管(棒)平放在实验桌边缘上,左手按住要切割的部位,右手用锉刀的棱边或薄片小砂轮,在要切割的部位按一个方向(不要来回锉,以免损坏锉刀的棱边或使锉痕变粗)用力锉出一道深痕(如图 10-2-1a 所示)。锉出的深痕应与玻璃管(棒)垂直,这样才能保证切断后的玻璃管(棒)截面是平整的。在深痕处用水润湿一下,降低玻璃强度,然后双手持玻璃管(棒),两拇指齐放在凹痕背面(如图 10-2-1b 所示)。轻轻地由凹痕背面向外推折,同时两食指和拇指将玻璃管(棒)向两边拉(如图 10-2-1c 所示),即可将玻璃管(棒)切断。有时为了安全,也可在挫痕的两边包上布后再折断。

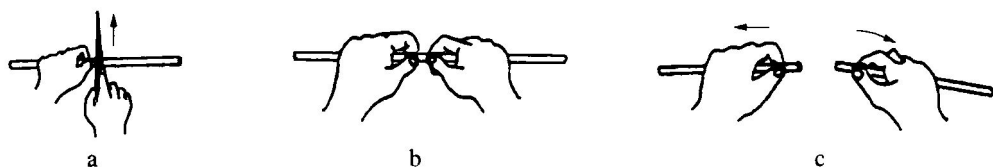
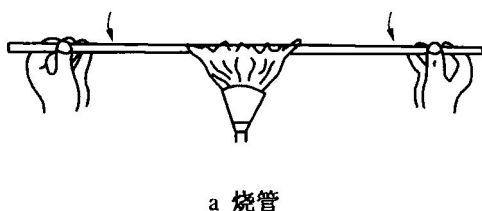
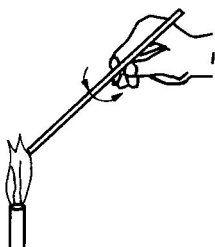


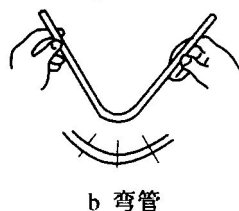
图 10-2-1 玻璃管(棒)的切割

二、玻璃管(棒)的熔光

玻璃管(棒)的截断面很锋利,容易损伤皮肤或损坏橡胶管,因此需将切断后的玻璃管(棒)断面在煤气灯的氧化焰(即外焰处)熔烧光滑,见图 10-2-2。操作时可將截面斜插在氧化焰中,同时缓慢地转动玻璃管(棒)使之熔烧均匀,直至光滑为止。熔烧的时间不可太长,以免管口收缩。灼烧后的玻璃管应放于石棉网上自然冷却,切不可放于桌面上,以免烧焦桌面。也不能用手去摸,以免烫伤。



a 烧管



b 弯管

图 10-2-2 玻璃管(棒)的熔光

图 10-2-3 玻璃管的弯曲

三、玻璃管的弯曲

取一段玻璃管,用火预热需弯曲处,再在氧化焰中加热,加热部位要稍宽些,加热时缓慢而均匀地转动玻璃管,见图 10-2-3a。转动玻管时,只能一只手用力转动,另一只手从动,以保证玻璃管始终在一条轴线上转动。当玻璃管加热到适当软化又不会自动变形时,迅速离开火焰,按照需要弯成一定的角度,见图 10-2-3b。

弯管角度愈小(如 60° 角),玻璃管受热面积应愈大。如果受热面积小或转动不均匀,弯曲时玻璃管就容易变形。弯管好坏的比较与分析见图 10-2-4。无论用哪种方法弯制玻璃管,最后都需要进行退火处理。退火就是将刚刚加工的玻璃制品的受热部位,放入较弱的火焰中重新加热一下,并扩宽受热面积,以抵消管内的热膨胀,防止炸裂。



图 10-2-4 弯管成型比较

四、玻璃管的拉细(拉制滴管)

拉细玻璃管与弯曲玻璃管的加热方法相同。选取粗细、长度适当的干净玻璃管,两手持玻璃管的两端,将中间部位放于火焰中加热,见图 10-2-5a。边加热(受热面积比弯曲玻璃管时要窄些)边向一个方向转动,待玻璃足够软(烧成红黄色或放开一只手玻璃管立刻下垂的程度,比弯曲玻璃管时要软),从火焰中取出,两秒后,左右手以同样速度将玻璃管向两侧拉伸,拉伸时先慢拉,再用力拉,然后将拉制好的玻璃管放于石棉网上冷却。



图 10-2-5 抽拉玻璃管

拉成的细管与原管应在同一轴线上(见图 10-2-5b),而且细部尖嘴要拉得匀正,渐变段尖嘴的坡度不要太陡。拉伸时绝对不允许使玻璃管上、下移动(这样制得的滴管不圆);玻璃管拉好后两手不要马上松开,仍要慢慢转动,直至拉伸部位变硬为止。

拉制好的滴管粗口端应置于火焰中灼熔,至发红即可,去掉其锋利的断口。最后在滴管口上套上乳胶头。

10.2.2 干燥

干燥是指除去附在固体、混杂在液体或气体中的少量水分,也包括除去少量溶剂。干燥有物理方法和化学方法两种。其中物理方法有加热干燥、抽真空干燥、分馏、分子筛脱水、红外线干燥、微波干燥等。化学方法是使用干燥剂,让水与干燥剂作用,从而除去试剂样品中的水分。实验室中常用化学干燥法。

一、液态有机化合物的干燥

1. 干燥剂的选择

选择干燥剂时,首先必须保证干燥剂不与被干燥的有机化合物发生化学反应,且不溶于有机化合物之中;其次还要考虑干燥剂的干燥效率和吸水容量。干燥常见的液态有机物所用的干燥剂见表 10-2-1。

表 10-2-1 干燥液态有机物常用的干燥剂

液 态 有 机 物	适 用 的 干 燥 剂
醚类、烷烃、芳烃	CaCl_2 、 Na 、 P_2O_5
醇类	K_2CO_3 、 MgSO_4 、 Na_2SO_4 、 CaO
醛类	MgSO_4 、 Na_2SO_4
酸类	MgSO_4 、 Na_2SO_4 、 K_2CO_3
酯类	MgSO_4 、 Na_2SO_4
卤代烃	MgSO_4 、 Na_2SO_4 、 K_2CO_3
有机碱类(胺类)	NaOH 、 KOH