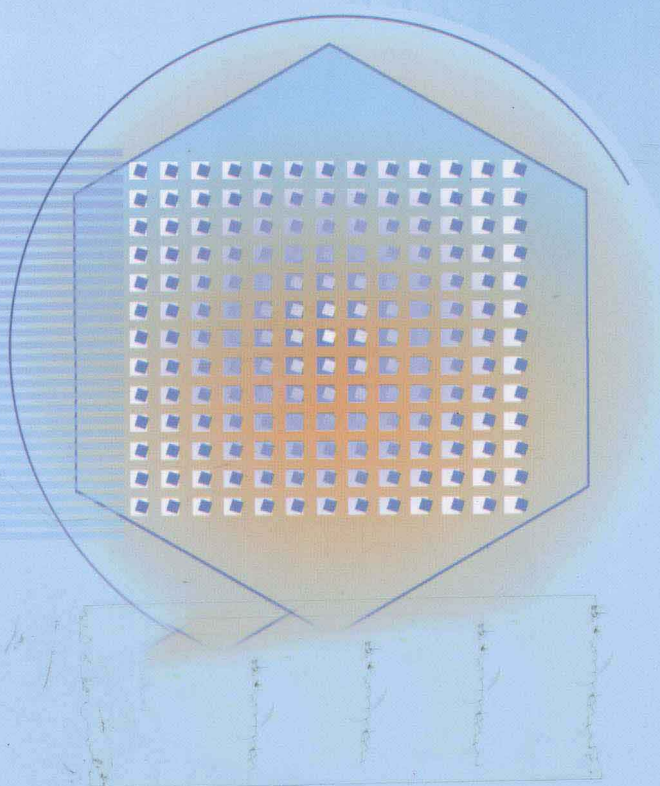


全国高等农林院校十一五规划教材

基础化学实验

(下册)

朱兆富 沈喜海 彭友舜 邵丽君 王树元 主编



中国农业科学技术出版社

目 录

第一篇 有机化学实验

第一章 有机化学实验的基本操作技术	(3)
实验一 常用玻璃仪器及实验装置的认识	(3)
实验二 加热、冷却与干燥	(6)
实验三 蒸馏	(10)
实验四 分馏	(11)
实验五 水蒸气蒸馏	(13)
实验六 减压蒸馏	(15)
实验七 熔点测定	(18)
实验八 沸点测定	(22)
实验九 乙酰苯胺的重结晶	(23)
实验十 萃取	(24)
实验十一 折光率的测定	(27)
实验十二 旋光度的测定	(30)
实验十三 色谱法	(33)
实验十四 紫外光谱法	(38)
实验十五 红外光谱法	(40)
实验十六 核磁共振波谱法	(43)
第二章 有机物质性质实验	(47)
实验十七 烃的性质	(47)
实验十八 卤代烃的性质	(49)
实验十九 醇、酚的性质	(50)
实验二十 醛、酮的性质	(53)
实验二十一 羧酸及其衍生物的性质	(54)
实验二十二 胺的性质	(56)
实验二十三 糖类的性质	(58)
实验二十四 氨基酸、蛋白质的性质	(60)
第三章 有机物质制备实验	(62)
实验二十五 环己烯的制备	(62)
实验二十六 叔丁基氯的制备	(63)
实验二十七 溴乙烷的制备	(64)

实验二十八	1-溴丁烷的制备	(65)
实验二十九	2-甲基-2-丁醇的制备	(66)
实验三十	三苯甲醇的制备	(67)
实验三十一	乙醚的制备	(68)
实验三十二	甲基叔丁基醚的制备	(69)
实验三十三	苯乙酮的制备	(70)
实验三十四	苯亚甲基苯乙酮(查尔酮)的制备	(71)
实验三十五	4-苯基-3-丁烯-2-酮的制备	(72)
实验三十六	肉桂酸的制备	(73)
实验三十七	香豆素-3-羧酸乙酯的制备	(74)
实验三十八	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(75)
实验三十九	苯片呐醇的制备及重排反应	(76)
实验四十	苯甲酸的制备	(77)
实验四十一	苯甲酸乙酯的制备	(78)
实验四十二	乙酸乙酯的制备	(79)
实验四十三	乙酰乙酸乙酯的制备	(80)
实验四十四	2-庚酮的制备	(81)
实验四十五	苯胺的制备	(82)
实验四十六	乙酰苯胺的制备	(83)
实验四十七	对乙酰氨基苯磺酰胺的制备	(84)
实验四十八	对氨基苯磺酰胺的制备	(85)
实验四十九	己二酸的制备	(86)
实验五十	邻苯甲酰基苯甲酸的制备	(87)
实验五十一	己内酰胺的制备	(88)
实验五十二	间硝基苯胺的制备	(89)
实验五十三	乙酰水杨酸的制备	(90)
实验五十四	二茂铁的制备	(91)
实验五十五	甲基橙的制备	(92)
实验五十六	2,4-二氯苯氧乙酸的制备	(94)
实验五十七	氯化三乙基苄基铵的制备	(95)
实验五十八	8-羟基喹啉的制备	(96)
实验五十九	茶叶中咖啡因的提取	(97)
实验六十	槐米中芦丁的提取	(98)
第四章	综合性实验	(100)
实验六十一	1,3,5-三苯基吡啶的制备	(100)
实验六十二	荧光增白剂双二氯苯乙烯基联苯的制备	(101)
实验六十三	四氮大环西佛碱及其铜配合物的制备	(103)
实验六十四	巴比妥的制备	(105)
实验六十五	苯妥英钠的制备	(107)

实验六十六 金属酞菁的制备	(108)
实验六十七 外消旋 α -苯乙胺的制备和拆分	(110)

第二篇 化学教学论实验

第一章 中学化学实验基本技能	(115)
第一节 实验基本操作	(115)
第二节 仪器装置图的绘制	(120)
第二章 基础与演示性实验	(122)
实验一 溶液的配制	(122)
实验二 氧气的制取与性质	(124)
实验三 氢气的制取与性质	(127)
实验四 氯气的制取与性质	(131)
实验五 氯化氢的制取与性质	(134)
实验六 铝及其化合物的性质	(137)
实验七 胶体的制备与性质	(140)
实验八 电解质溶液	(143)
实验九 温度压强对化学平衡的影响	(146)
实验十 甲烷 乙烯 乙炔	(148)
实验十一 石油的催化裂化	(153)
实验十二 乙酸乙酯的制取、乙酸丁酯的水解、纤维素的水解与酯化	(155)
第三章 定量与测定性实验	(159)
实验十三 阿伏伽德罗常量的测定	(159)
实验十四 硫酸铜晶体结晶水含量的测定	(163)
实验十五 乙醇分子结构的测定	(164)
实验十六 生活污水中化学需氧量 COD 的测定	(166)
第四章 综合与设计性实验	(169)
实验十七 明矾大晶体的制备	(169)
实验十八 化学电池	(171)
实验十九 香烟中部分物质的分离与鉴定	(173)
实验二十 趣味化学实验设计	(176)
第五章 新型实验技术在实验教学中的应用	(180)
实验二十一 投影演示实验设计	(180)
实验二十二 微型实验设计	(183)

附 录

附录一 常用有机溶剂的纯化方法	(191)
附录二 常用有机试剂的物理常数	(195)

附录三	弱酸、弱碱在水中的电离常数 (298K)	(199)
附录四	实验室常用酸、碱的浓度	(202)
附录五	难溶化合物的溶度积	(203)
附录六	标准电极电势	(205)
附录七	常用指示剂	(211)
附录八	不同温度下水的饱和蒸汽压 (kPa)	(215)
附录九	常用元素原子量表	(216)
附录十	常用溶液的配制	(217)
附录十一	参考文献	(219)

第一篇

有机化学实验

第一章 有机化学实验的基本操作技术

实验一 常用玻璃仪器及实验装置的认识

一、实验目的

1. 认识有机化学实验中常用的标准磨口仪器及使用方法。
2. 认识有机化学实验中常用的实验装置。

二、实验内容

在有机实验中经常会用到一些玻璃仪器及实验装置，认识这些仪器、装置及其维护方法是十分必要的。

1. 常用玻璃仪器 常用的玻璃仪器分为两类，普通玻璃仪器和标准磨口仪器。

标准磨口仪器，顾名思义，接口部位的尺寸大小都是统一的，即标准化的。例如，14口、19口、24口指的就是磨口的最大端直径分别为14mm、19mm和24mm。只要是相同尺寸的标准磨口，相互之间便可以装配吻合。对不同尺寸的磨口仪器，还可以通过相应尺寸的大小磨口接头使之相互连接。

在使用标准磨口仪器的过程中应该注意，装配时要对齐，不可用力过猛，以免破裂。一般情况下，磨口处不必涂润滑剂。若作减压蒸馏时，应适当地涂抹真空脂。实验结束后应及时拆卸仪器，以免粘结难卸。常用标准磨口仪器见图1-1-1至图1-1-2。

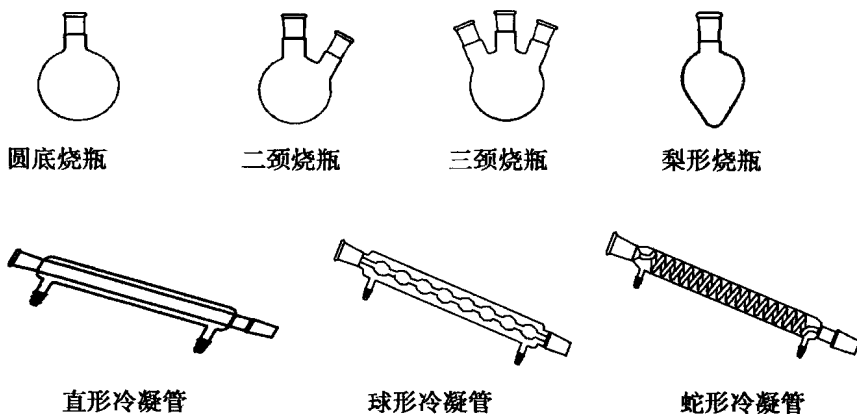


图1-1-1 常用标准磨口仪器

与普通玻璃仪器相比，标准磨口仪器要贵得多，不过，由于标准磨口仪器的装配、拆卸非常方便，因而得到广泛的应用。

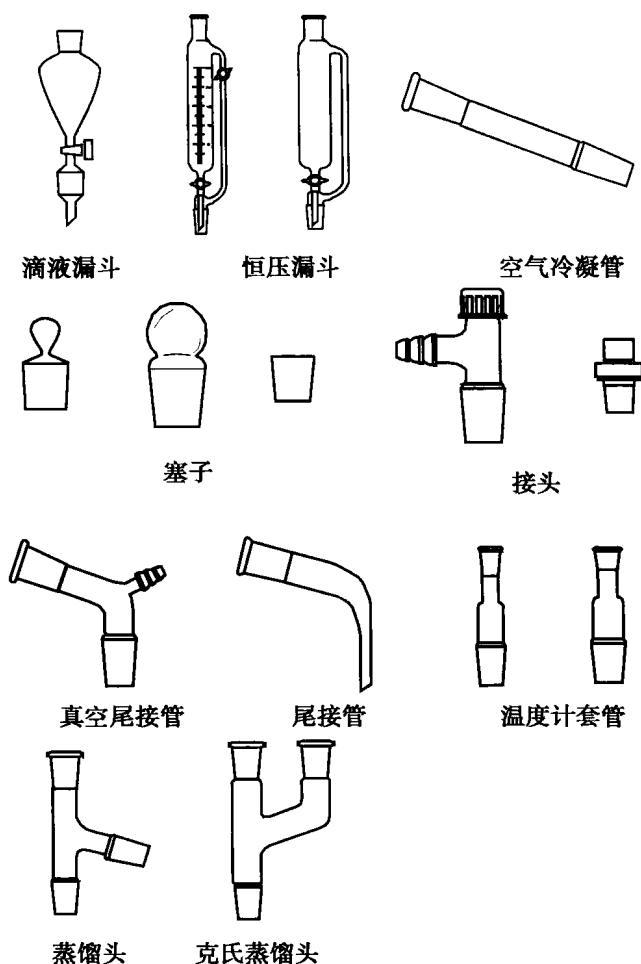


图 1-1-2 标准磨口仪器

在图 1-1-1、图 1-1-2 中，列出了一些常用的标准磨口仪器，利用这些基本“配件”可以搭建出一般常规有机化学实验中所需要的实验装置。

2. 常用实验装置 常用实验装置如蒸馏、分馏、回流、搅拌、气体吸收等装置。

图 1-1-3 是一组常见回流装置。当回流温度不太高时（低于 140°C ），通常选用球形冷凝管 [图 1-1-3 (1)] 或直形冷凝管，不过前者较之后者冷凝效果要好一些。如果实验要求干燥无水，在冷凝管上端还应配置干燥管 [图 1-1-3 (2)]。当回流温度较高时（高于 150°C ），就要选用空气冷凝管（图 1-1-2），因为球形或直形冷凝管在高温下容易炸裂。

图 1-1-4 是一个常用的反应装置。图 1-1-5 是一组常用的搅拌反应装置。如果只是要求搅拌、回流和滴加试剂，采用图 1-1-5 (1) 所示装置即可。如果不仅要满足上述要求，而且还要经常测试反应温度，这就需要采用图 1-1-5 (2) 和 (3) 所示装置，或采用四口烧瓶来装配反应装置。当然，也可以用磁力搅拌器代替机械搅拌器。若所添加的试剂对空气和水敏感，反应要求干燥无水，则应采用恒压滴液漏斗和干燥管 [如图 1-1-5 (3) 所示]。

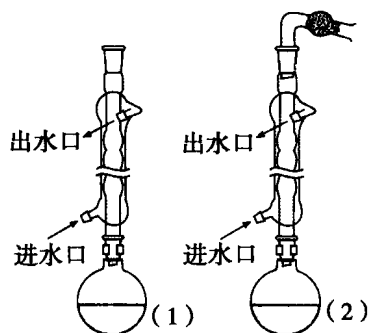


图 1-1-3 回流装置

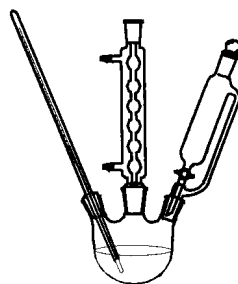


图 1-1-4 回流滴加反应装置

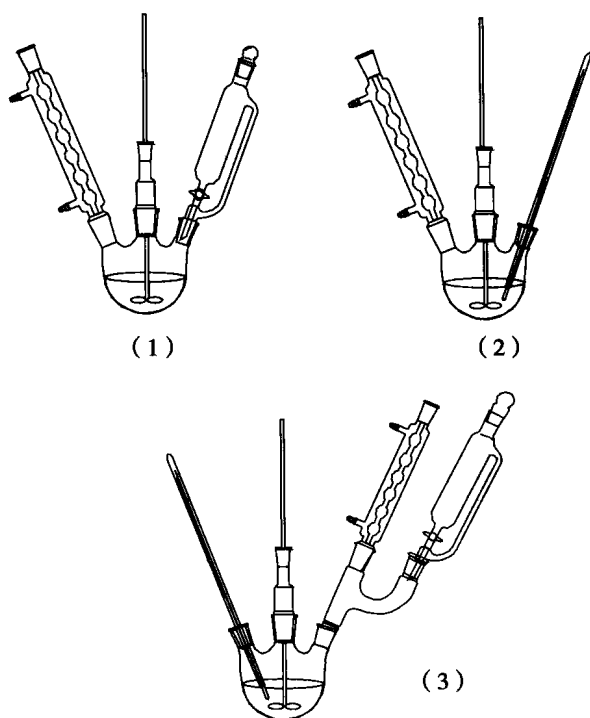


图 1-1-5 搅拌反应装置图

图 1-1-6 是一组气体吸收装置。如果反应过程中有气体产生，那就要安装如图 1-1-6 所示的气体吸收装置。在图 1-1-6 的烧杯或吸滤瓶中可装入一些气体吸收液，如酸液或碱液，以吸收反应过程中产生的碱性或酸性气体。

[注意事项]

1. 磨口仪器如果粘结在一起，不可使劲拆卸。可先用电吹风对着粘结接口处加热，然后再试着拆卸。

2. 清洗玻璃仪器时，可用去污粉或者家用洗洁精进行洗涤，清洗完毕，用清水冲净，倒置在玻璃仪器架上凉干。如果需要快速凉干，可用少许丙酮或乙醇进行涮洗，洗毕后用电吹风吹干。

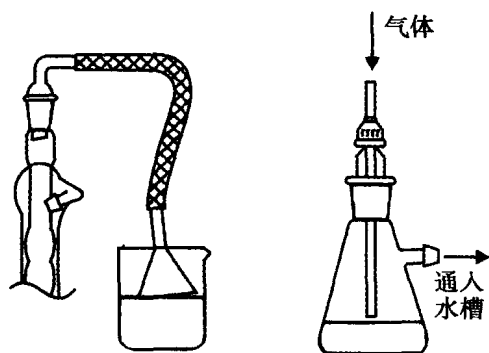


图 1-1-6 气体吸收装置

3. 对玻璃仪器加热，除了试管外一般都不可直接用火加热，以防破裂。

4. 厚壁玻璃仪器如吸滤瓶受热易破裂，故不可直接对其加热。计量类容器如量筒受热会影响计量准确度，洗净后宜凉干而不宜置于高温下烘烤。

5. 带塞玻璃仪器（如滴液漏斗）不用时，应该将旋塞与磨口之间用纸片隔离开来，以免粘牢。

6. 如果用滴液漏斗或者三口烧瓶等玻璃仪器盛装碱性溶液，使用完后应及时洗涤，以防止

粘结。

7. 在回流装置中，一般多采用球形冷凝管。因为蒸气与冷凝管接触面积较大，冷凝效果较好，尤其适合于低沸点溶剂的回流操作。如果回流温度较高，也可采用直形冷凝管。当然，当回流温度高于 150°C 时就该用空气冷凝管。

8. 在搅拌反应中，如果反应混合物量较大，或较粘稠，或含有固体物质，这时，用磁力搅拌效果不佳，而应以机械搅拌器搅拌为宜。

9. 在采用气体吸收装置时（见图 1-1-6），应密切注意观察气体吸收情况。有时会因为反应温度的变化而导致体系内形成一定的负压，从而发生气体吸收液倒吸现象。解决的办法很简单：保持玻璃漏斗或玻璃管悬在近离吸收液的液面上，使反应体系与大气相通，消除负压。

实验二 加热、冷却与干燥

一、实验目的

1. 掌握有机化学实验中加热和冷却的方法及操作。
2. 了解干燥剂的干燥原理。
3. 掌握有机化合物的干燥方法及干燥剂的选取原则。

二、实验内容

1. 加热 某些化学反应在常温下很难发生或进行得很慢。因此为了增加反应速度，往往需要在加热下进行反应。一般情况下，化学反应的速度随温度的升高而加快。大体上反应温度每升高 10°C ，反应速度就会增加一倍。此外，有机化学实验的许多基本操作如回流、蒸馏、溶解、重结晶、熔融等都需要加热。

实验室常用的加热器具有煤气灯、酒精灯、电热套和封闭电炉等。但玻璃仪器一般很少用火焰直接加热，因为剧烈的温度变化和加热的不均匀会造成玻璃仪器的损坏。同时，由于局部过热，还可能引起有机化合物的部分分解，甚至可能发生爆炸事故。因此，实验中常常根据具体情况采用不同的间接加热方式。最简便的是通过石棉网进行加热，但这种

加热仍很不均匀，在减压蒸馏或回流低沸点易燃物等操作中就不能应用。为了保证加热均匀和操作安全，经常选用合适的热浴来进行间接加热。

(1) 水浴 当所需加热温度在 80°C 以下时，可将反应容器浸入水浴锅中加热，使水浴的温度达到所需温度。水浴加热均匀，温度易控制，适合低沸点的物质加热和回流。水浴的液面应稍高出反应容器内的液面。还应注意的是，勿使容器触及水浴锅的底部。水浴锅一般为铜制或铝制。当加热少量的低沸点物质时，也可用烧杯代替水浴锅。专门的水浴锅的盖子是由一组直径递减的同心圆环组成的，它可以有效地减少水分的蒸发。

(2) 空气浴 空气浴就是让热源把局部空气加热，空气再把热能传导给反应容器。沸点在 80°C 以上的液体均可采用空气浴加热。直接利用煤气灯隔着石棉网对容器加热，这是最简单的空气浴，但受热不均匀，因此不适合低沸点易燃液体或减压蒸馏。电热套是比较好的空气浴，能从室温加热到 200°C 左右。安装电热套时，要使反应瓶外壁与电热套内壁保持 2cm 左右的距离，以防止局部过热。为了便于控制温度，可用连续调压的变压器。

(3) 油浴 当加热温度在 $100 \sim 250^{\circ}\text{C}$ 范围时，用油浴较合适。油浴加热的优点是使反应物受热均匀。油浴所能达到的最高温度取决于所用油的种类。一般情况下，反应物的温度应低于油浴液的温度 20°C 左右。常用的油浴液有：石蜡油（液体石蜡）、石蜡、甘油、植物油和硅油。

石蜡油：能加热到 200°C 左右，温度再高时并不分解，但较易燃烧。

石蜡：可以加热到 200°C 左右，冷却到室温时凝成固体，保存方便。

甘油：可加热到 $140 \sim 150^{\circ}\text{C}$ ，温度过高则会分解。

植物油：常用的有菜籽油、蓖麻油和大豆油等，可以加热到 220°C ，常加入 1% 对苯二酚等抗氧化剂，便于长期使用。当温度达到闪点时可能会燃烧，所以，使用时要小心。

硅油：在 250°C 时较稳定，透明度好，但价格较昂贵。用油浴加热时，油浴中应放置温度计（温度计不要碰到油浴锅底），以便随时观察和调节温度。此外，还应注意，不要把水溅入油浴锅内，以免产生泡沫或爆溅。

(4) 砂浴 当加热温度在 $250 \sim 350^{\circ}\text{C}$ 时应采用砂浴。通常将清洁且干燥的细沙装在铁盘中，把反应容器半埋在沙中，加热铁盘。保持其底部留有一层沙层，以防局部过热。但由于砂浴温度分布不均匀，且传热慢，温度上升慢，散热又太快，所以使用范围有限。

(5) 其他加热方法 除了以上介绍的几种常用的加热方法外，还可采用熔盐浴、金属浴（合金浴）、电热法等更多的加热方法，应根据实验需要和实验条件进行选择使用。

2. 冷却 根据一些实验对低温的要求，在操作中需使用致冷剂，进行冷却操作，以便在一定的低温条件进行反应、分离和提纯等。以下几种情况下应使用冷却剂：

(1) 某些反应，其中间体在室温下是不稳定的，这时反应就应在特定的低温条件下进行，如重氮化反应，一般在 $0 \sim 5^{\circ}\text{C}$ 下进行；

(2) 反应放出大量的热，需要降温来控制反应速度；

(3) 为了降低固体物质在溶剂中的溶解度，以加速结晶的析出；

(4) 为了减少损失，把一些沸点很低的有机物冷却；

(5) 高度真空蒸馏装置。

冷却剂的选择应根据冷却时所需要的温度和吸收的热量来决定。

表 1-1-1 常用冷却剂组成及最低冷却温度

冷却剂组成	最低冷却温度 (℃)
氯化铵 + 碎冰 (1:4)	-15
氯化钠 + 碎冰 (1:3)	-21
六水氯化钙 + 碎冰 (1:1)	-29
六水氯化钙 + 碎冰 (1.4:1)	-55
干冰 + 乙醇	-72
干冰 + 丙酮	-78
干冰 + 乙醚	-100
冰水	0
液氮	-196

注意：在低于 -38°C 时，不能用水银温度计，需使用有机液体低温温度计。

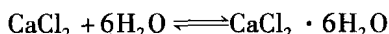
3. 干燥与干燥剂的使用

干燥是常用的除去固体、液体或气体中少量水分或少量有机溶剂的方法。例如很多有机反应需要在绝对无水条件下进行，所用的原料及溶剂均应该是干燥的；某些化合物含有水分在加热时会发生变质，故在蒸馏或重结晶时也必须进行干燥；有机化合物在进行定性或定量分析、波谱分析之前均需经干燥才会有准确结果；某些有机化合物会

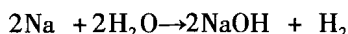
与少量水形成共沸混合物或与水反应而影响产品纯度。因此，干燥是最常用而且十分重要的基本操作之一。

(1) 基本原理 有机化合物的干燥方法可分为物理方法和化学方法两种。物理方法中有：烘干、晾干、吸附、冷冻、分馏、共沸蒸馏等。近些年来，还常用离子交换树脂和分子筛等方法来进行干燥。化学方法是利用干燥剂脱水，根据脱水作用可分为两类：

能与水可逆性结合，形成水合物，例如：



与水发生不可逆的化学反应，生成新的化合物，例如：



(2) 液体有机化合物的干燥

① 干燥剂的选择 液体有机化合物的干燥，通常是用干燥剂直接与其接触，因此干燥剂与被干燥的液体有机化合物不发生化学反应，包括溶解、配位、缔合和催化等作用，例如酸性物质不能使用碱性干燥剂，而碱性物质则不能使用酸性干燥剂。

当选用与水结合生成水合物的干燥剂时，必须考虑干燥剂的吸水容量和干燥效能。吸水容量是指单位质量干燥剂所吸收的水量，干燥效能指达到平衡时液体被干燥的程度，例如，无水硫酸钠可形成 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，即 $1\text{g Na}_2\text{SO}_4$ 最多能吸 1.27g 水，其吸收水容量为 1.27 ，但其水化物的水蒸气压也较大 (25°C 时为 255.98Pa)，故干燥效能差。氯化钙能形成 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，其吸水容量为 0.97 ，此水化物在 25°C 水蒸气压为 39.99Pa ，故无水氯化钙的吸水容量虽然较小，但干燥效能强，所以干燥操作时应根据除去水分的要求而选择合适的干燥剂。通常这类干燥剂形成水合物需要一定的平衡时间，所以，加入干燥剂后必须放置一段时间才能达到脱水的效果。

已吸水的干燥剂受热后又会脱水，其蒸气压随着温度的升高而增加，所以，对已干燥的液体在蒸馏之前必须把干燥剂滤去。

② 干燥剂的用量 掌握好干燥剂的用量是很重要的。若用量不足，则不可能达到干燥的目的；若用量太多，则由于干燥剂的吸附而造成液体的损失。以乙醚为例，

水在乙醚中的溶解度在室温时为 1% ~ 1.5%，若用无水氯化钙来干燥 100ml 含水的乙醚时，全部转变成 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，其吸水容量为 0.97，也就是说 1g 无水氯化钙大约可以吸收 0.97g 水，这样，无水氯化钙的理论用量至少要 1g，而实际上远远超过 1g，这是因为醚层中还有悬浮的微细水滴，其次形成高水化物的时间需要很长，往往不可能达到应有的吸水容量，故实际投入的无水氯化钙的量是大大过量的，常用 7 ~ 10g 无水氯化钙。

干燥操作一般在密闭容器中进行（如具塞三角瓶或梨形瓶），投入少量干燥剂到液体中，振摇，如出现干燥剂附着器壁或相互粘结时，则说明干燥剂用量不够，应再添加干燥剂；如投入干燥剂后出现水相，必须用吸管把水吸干，然后再添加新的干燥剂。

干燥前，液体呈浑浊状，经干燥后变成澄清，这可简单地作为水分基本除去的标志。一般干燥剂的用量为每 10ml 液体约需 0.5 ~ 1g。由于含水量不等、干燥剂质量的差异、干燥剂的颗粒大小和干燥时的温度不同等因素，较难规定具体数量，上述数量仅供参考。

表 1-1-2 常用的干燥剂及其应用范围

有机化合物	干燥剂
烃	氯化钙、金属钠、分子筛
卤烃	氯化钙、硫酸镁、硫酸钠
醇	碳酸钾、硫酸镁、硫酸钠、氧化钙
醚	硫酸镁、金属钠
醛	硫酸镁、硫酸钠
酮	碳酸钾、氯化钙（高级酮干燥用）
酯	硫酸镁、硫酸钠、氯化钙、碳酸钾
硝基化合物	氯化钙、硫酸镁、硫酸钠
有机酸、酚	硫酸镁、硫酸钠
胺	氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钾

③ 常用的干燥剂 常用的干燥剂及其应用范围见表 1-1-2：

(3) 固体有机化合物的干燥 从重结晶得到的固体常带水分或有机溶剂，应根据化合物的性质选择适当的方法进行干燥。

① 晾干 这是最简便的干燥方法。把要干燥的固体先放在瓷孔漏斗中的滤纸上，或在滤纸上面压干，然后在一张滤纸上面薄薄地摊开，用另一张滤纸覆盖起来，让它在空气中慢慢地晾干。

② 加热干燥 对于热稳定的固体化合物可以放在烘箱内或红外灯下干燥，加热的温度切忌超过该固体的熔点，以免固体变色或分解，如需要则在真空恒温干燥箱中干燥。

③ 干燥器干燥 对于易吸湿或较高温度下干燥时会发生分解或变色得固体化合物可用干燥器干燥，干燥器有普通干燥器、真空干燥器和真空恒温干燥器。

(4) 气体的干燥 在有机化学实验中常用气体有 N_2 、 O_2 、 H_2 、 Cl_2 、 NH_3 、 CO_2 等。有时要求气体中含有很少或几乎不含 CO_2 、 H_2O 等，此时需要对上述气体进行干燥。干燥气体常用干燥管、干燥塔、洗气瓶等，干燥气体常用的干燥剂列于表 1-1-3 中。

表 1-1-3 用于气体干燥的常用干燥剂

干燥剂	可被干燥的气体
碱石灰、CaO、NaOH、KOH	NH ₃ 类
无水氯化钙	HCl、N ₂ 、O ₂ 、CO ₂ 、SO ₂ 、低级烷烃、醚、卤烃等
P ₂ O ₅	H ₂ 、N ₂ 、O ₂ 、CO ₂ 、SO ₂ 、低级烷烃、烯烃
浓硫酸	H ₂ 、HCl、N ₂ 、O ₂ 、CO ₂ 、SO ₂

实验三 蒸馏

一、实验目的

1. 了解测定沸点的意义、掌握常量法测定沸点的原理和方法。
2. 正确掌握蒸馏的原理和方法。

二、实验原理

液态物质受热沸腾气化为蒸气，蒸气经冷凝又转变为液体，这个联合操作过程就称作蒸馏（Distillation）。蒸馏是纯化和分离液态物质的一种常用方法，通过蒸馏还可以测定纯液态物质的沸点。

纯的液态物质在一定压力下具有确定的沸点，不同的物质具有不同的沸点。蒸馏操作就是利用不同物质的沸点差异对液态混合物进行分离和纯化。当液态混合物受热时，由于低沸点物质易挥发，首先被蒸出，而高沸点物质因不易挥发或挥发出的少量气体易被冷凝而滞留在蒸馏瓶中，从而使混合物得以分离。不过，只有当组分沸点相差在 30℃ 以上时，蒸馏才有较好的分离效果。如果组分沸点差异不大，就需要采用分馏操作对液态混合物进行分离和纯化。

需要指出的是，具有恒定沸点的液体并非都是纯化合物，因为有些化合物相互之间可以形成二元或三元共沸混合物，而共沸混合物是不能通过蒸馏操作进行分离的。通常，纯化合物的沸程（沸点范围）较小（约 0.5 ~ 1℃），而混合物的沸程较大。因此，蒸馏操作既可用于定性鉴定化合物，也可用以判定化合物的纯度。

三、仪器与试剂

电热套、圆底烧瓶（100ml）、蒸馏头、接液管、冷凝管、漏斗、温度计、比重计、烧瓶夹、万能夹等。

工业乙醇、沸石。

四、实验内容

1. 仪器装置 蒸馏装置主要由热源、蒸气发生、蒸气冷凝三部分组成。

安装一般先从热源开始，然后遵循“自下而上”的原则，依次在铁架台上安好升降架、放好电热套、再将圆底烧瓶用烧瓶夹垂直固定好并装上温度计的蒸馏头，把冷凝管固定在另一铁架台上，调整好它的位置和倾斜度，使之与蒸馏头支管同轴，然后将冷凝管

沿此轴线与蒸馏头相接。冷凝管进水口与出水口分别用橡胶管与自来水和下水道相接，最后安装接液管和接收器（见图 1-1-7）。

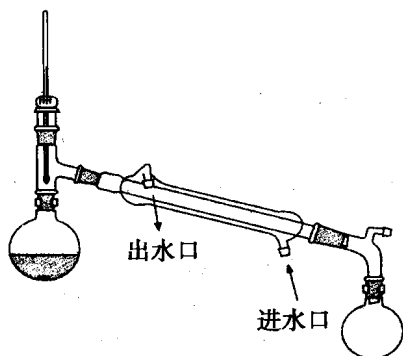


图 1-1-7 简单蒸馏装置

2. 蒸馏操作

(1) 加料 蒸馏装置安装好后，将待蒸馏液经漏斗加入到圆底烧瓶内（应避免液体流进冷凝管），加入 2 ~ 3 粒沸石，然后装好温度计，检查各部分连接是否紧密。

(2) 加热 缓慢通入冷却水，然后加热，开始时，可使加热速度较快。加热至沸后，温度计读数会快速上升，调节加热速度，使馏出液每秒钟流出 1 ~ 2 滴为宜。

(3) 接收与记录 接收器至少准备 2 个，在达到所要馏分沸点以前，常有沸点较低的液体先蒸出，这部分液体称为前馏分。当温度升至所需物的沸点并恒定时，更换另一接受器收集。记下开始到停止接收该馏分的温度，这就是此馏分的沸点范围。收集馏分的沸点范围越窄，馏分的纯度就越高，一般收集馏分的温度范围在 1 ~ 2℃。

(4) 结束 当温度上升到要求温度时即可停止加热。蒸馏较纯物质时，可能残留液较少，温度变化不大，但一定不要蒸干，以免发生意外。待温度降至 40℃ 左右时，关闭冷却水，拆卸仪器。拆卸仪器的顺序与安装顺序正好相反。

[注意事项]

1. 蒸馏烧瓶大小的选择依待蒸馏液体的量而定。通常，待蒸馏液体的体积约占蒸馏烧瓶体积的 1/3 ~ 2/3。

2. 当待蒸馏液体的沸点在 140℃ 以下时，应选用直形冷凝管；沸点在 140℃ 以上时，就要选用空气冷凝管，若仍用直形冷凝管则易发生爆裂。

3. 如果蒸馏装置中所用的尾接管无侧管，则尾接管和接收瓶之间应留有空隙，以确保蒸馏装置与大气相通。否则，封闭体系受热后会引发事故。

4. 沸石是一种带多孔性的物质，如素瓷片或毛细管。当液体受热沸腾时，沸石内的小气泡就成为气化中心，使液体保持平稳沸腾。如果蒸馏已经开始，但忘了投沸石，此时千万不要直接投放沸石，以免引发暴沸。正确的做法是，先停止加热，待液体稍冷片刻后再补加沸石。

5. 蒸馏低沸点易燃液体（如乙醚）时，千万不可用明火加热，此时可用热水浴加热。在蒸馏沸点较高的液体时，可以用明火加热。明火加热时，烧瓶部一定要置放石棉网，以防因受热不均而炸裂。

6. 无论何时，都不要使蒸馏烧瓶蒸干，以防意外。

实验四 分馏

一、实验目的

1. 了解分馏的原理和意义，学习分馏操作仪器的选用及装配方法。

2. 熟练掌握常压下的简单分馏操作方法。
3. 学习鉴定有机化合物纯度的方法。

二、实验原理

简单蒸馏只能对沸点差异较大的混合物做有效的分离，而采用分馏柱进行蒸馏则可对沸点相近的混合物进行分离和提纯，这种操作方法称为分馏（Fractional Distillation）。简单地说，分馏就是多次蒸馏，利用分馏技术甚至可以将沸点相距 $1 \sim 2^{\circ}\text{C}$ 的混合物分离开来。

当混合物受热沸腾时，其蒸气首先进入分馏柱。由于柱内外存在温差，柱内蒸气中高沸点组分受柱外空气的冷却而被冷凝，并流回至烧瓶，从而导致继续上升的蒸气中低沸点组分的含量相对增加。这一个过程可以看作是一次简单的蒸馏。当高沸点冷凝液在回流途中遇到新蒸上来的蒸汽时，两者之间发生热交换，上升的蒸汽中，同样是高沸点组分被冷凝，低沸点组分继续上升。这又可以看作是一次简单蒸馏。蒸气就是这样在分馏柱内反复地进行着气化、冷凝和回流的过程，或者说，重复地进行着多次简单蒸馏。因此，只要分馏柱的效率足够高，从分馏柱上端蒸出的蒸气组分就能接近低沸点单组分的纯度，而高沸点组分仍回流到蒸馏烧瓶中。需要指出的是，由于共沸混合物具有恒定的沸点，与蒸馏一样，分馏操作也不可用来分离共沸混合物。

三、仪器与试剂

圆底烧瓶、韦氏分馏柱、温度计（ 150°C ）及温度计套管、蒸馏头、直形冷凝管、双头接液管、茄形瓶、水浴锅（加热套）、量筒、密度计。

工业乙醇（60%）、沸石。

四、实验步骤

1. 安装好分馏装置（图1-1-8），将100ml工业乙醇加入到烧瓶中。加入几粒沸石，通入冷凝水。
2. 缓慢加热至沸腾，蒸气慢慢进入分馏柱，观察蒸气沿分馏柱上升的情况，注意控制好温度，使温度慢慢上升，以保持分馏柱中有一个均匀的温度梯度。
3. 当冷凝管中有馏分滴出时，迅速记下温度计所示的温度。控制加热速度，使馏出液滴出速率为 $2 \sim 3\text{s}$ 一滴。当柱顶温度维持在 78°C 时，更换新的已干燥的洁净接收瓶，收集馏出液。
4. 当蒸气温度持续上升（约 1°C ），可停止加热。待系统冷却后，拆除分馏装置。
5. 用量筒量出馏出液体积，测定其相对密度，折算出纯度，并计算收率。

[注意事项]

1. 分馏柱柱高是影响分馏效率的重要因素之一。一般来讲，分馏柱越高，上升蒸气与冷凝液间的热交换次数就越多，分离效果就越好。但是，如果分馏柱过高，则会影响馏出速度。
2. 分馏柱内的填充物也是影响分馏效率的一个重要因素。填充物在柱中起到增加蒸气与回流液接触的作用，填充物比表面积越大，越有利于提高分离效率。不过，需要指出