



普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验教程

田大昕 李耀华 主编



教育部直属师范大学
华中师范大学出版社



教育部審定 高中課程標準 適用教科書

有機化學實驗

周永豐 廖學謙 主編

◎ 國立編譯館審定

有机化学实验教程

主 编 田大昕 李耀华
副主编 谭小红 谢 艳

华中师范大学出版社

内 容 提 要

本书是为适应教学改革的要求,依据近年来有机化学实验教学内容的更新,并结合有机化学实验教学实践编写而成。全书共分五个部分,具体包括有机化学实验基础知识、基础性实验、综合性实验、创新性实验及附录,实验后附有操作要点及注意事项、思考题,制备性实验还附有纯样品的红外和/或核磁共振谱图,以便查阅。

本书可作为高等院校医学、生物学、化学、化工等专业的教材使用,也可供相关专业的技术人员和科研人员参考。

新出图证(鄂)字 10 号

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验教程/田大昕,李耀华主编. —武汉:华中师范大学出版社,2014.6
(普通高等教育“十二五”规划教材)
ISBN 978-7-5622-6618-1

I. ①有… II. ①田… ②李… III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 092122 号

有机化学实验教程

©田大昕 李耀华 主编

编辑室:第二编辑室	电 话:027—67867362	
责任编辑:毛阿萍 张晶晶	责任校对:罗 艺	封面设计:罗明波
出版发行:华中师范大学出版社有限责任公司		
社 址:湖北省武汉市珞喻路 152 号	邮 编:430079	
销售电话:027—67863426/67863280		
邮购电话:027—67861321	传 真:027—67863291	
网 址: http://www.ccnpublish.com	电子信箱:hscbs@public.wh.hb.cn	
印 刷:华中理工大学印刷厂	督 印:章光琼	
开 本:787mm×1092mm 1/16	印 张:11	字 数:270 千字
版 次:2014 年 6 月第 1 版	印 次:2014 年 6 月第 1 次印刷	
印 数:1—3 000	定 价:22.00 元	

欢迎上网查询、购书

敬告读者:欢迎举报盗版,请拨打举报电话 027—67861321



前言

有机化学是一门以实验为基础的学科,因此,实验课是有机化学教学的一个重要组成部分。通过实验,可全面训练学生的实验操作能力,同时验证、巩固和加深课堂讲授的基本理论和知识,还能培养学生观察、分析和解决问题的能力,以形成严谨细致的科学作风和实事求是的科学态度,为以后进一步的学习和工作打下扎实的基础。

考虑到高等院校有机化学实验教学改革现状,为了满足全面提高学生综合素质和创新能力的要求,编者总结多年的教学实践经验,编写了这本《有机化学实验教程》。

本书包括五个部分的内容:第一部分为有机化学实验基础知识,第二部分为基础性实验,第三部分为综合性实验,第四部分为创新性实验,最后为附录。其中,第二和第三部分所占篇幅较多。全书对实验内容进行了整合,精选了具有代表性和典型性的实验共计45个,并将其分为基础性(13个实验)、综合性(24个实验)、创新性(8个实验)三个层次。本书削减了部分陈旧的验证性实验内容,注重培养学生的基本操作技能;增加了综合性实验内容,并兼顾创新性实验,以激发学生学习兴趣,为其今后的学习和工作奠定基础。特别值得指出的是,本书在实验后附有操作要点及注意事项、思考题,每个制备性实验后附有所制备纯样品的红外光谱图和/或核磁共振谱图,以供读者参考。

在实验用量上,常量法消耗过大,不符合可持续发展的理念;微量法则实验效果有限,不能达到实验目的。综合考虑,本书的实验样品用量均采用小量,这样既可节约经费,又可保证实验效果。此外,本书还介绍了许多有机化学实验的技术,可供相关专业的技术人员和科研人员参考。

本书得到了“湖北省高校应用化学战略性新兴产业人才培养计划”项目的支持,特此致谢。编写教材并非创造发明,书后已列出部分参考文献,在此一并感谢。由于编者水平有限,书中错误和不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2014年3月



目 录

第一部分 有机化学实验基础知识	1
一、有机化学实验教学目的和任务	1
二、有机化学实验室守则	1
三、有机化学实验室的安全知识	2
四、有机化学实验室常用的仪器和装置	5
五、常用玻璃器皿的洗涤和干燥	14
六、有机化学实验预习、记录和实验报告	15
七、有机化学实验文献	18
第二部分 基础性实验	25
实验一 熔点的测定	25
实验二 蒸馏和沸点的测定	30
实验三 简单分馏	33
实验四 重结晶	37
实验五 水蒸气蒸馏	41
实验六 减压蒸馏	45
实验七 柱色谱	49
实验八 薄层色谱	52
实验九 旋光度的测定	55
实验十 红外吸收光谱的测定	58
实验十一 醇、酚、醛、酮的性质	60
实验十二 羧酸及其衍生物、胺的性质	63
实验十三 糖类化合物的性质	66
第三部分 综合性实验	70
实验十四 溴乙烷的制备	70
实验十五 1-溴丁烷的制备	72
实验十六 环己烯的制备	74
实验十七 1,2-二溴乙烷的制备	76
实验十八 乙醚的制备	79
实验十九 正丁醚的制备	81
实验二十 环己酮的制备	83
实验二十一 苯乙酮的制备	86
实验二十二 己二酸的制备	88
实验二十三 乙酸乙酯的制备	91



实验二十四	乙酸正丁酯的制备	93
实验二十五	乙酰苯胺的制备	95
实验二十六	8-羟基喹啉的制备	98
实验二十七	苯胺的制备	99
实验二十八	甲基橙的制备	102
实验二十九	肉桂酸的制备	104
实验三十	邻苯二甲酸二丁酯的制备	107
实验三十一	二苯酮的制备	109
实验三十二	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	112
实验三十三	三苯甲醇的制备	115
实验三十四	1-苯乙醇的制备	117
实验三十五	安息香的制备(缩合反应)	119
实验三十六	从茶叶中提取咖啡因	123
实验三十七	从黄连中提取黄连素	127
第四部分	创新性实验	130
实验三十八	乙酰乙酸乙酯的制备	130
实验三十九	4-苯基-2-丁酮的制备	132
实验四十	1,2-二苯乙烯的制备	134
实验四十一	2-甲基-2-己醇的制备	137
实验四十二	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	139
实验四十三	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	142
实验四十四	二苄叉丙酮和苄叉丙酮的制备	145
实验四十五	对氨基苯磺酰胺(磺胺)的制备	148
参考文献		152
附 录		153
附录一	常用干燥剂的性能与应用范围	153
附录二	常用有机溶剂的沸点及相对密度	154
附录三	水蒸气压力表	154
附录四	常见二元共沸混合物	155
附录五	三元共沸混合物	156
附录六	常用有机试剂的纯化方法	156
附录七	常用有机试剂的配制	160
附录八	光谱分析有机样品的准备	162
附录九	无水无氧操作	164
附录十	关于有毒化学药品的知识	165
附录十一	常用洗涤液的配制	167
附录十二	有机实验室常用仪器名称的中英文对照表	169



第一部分 有机化学实验基础知识

一、有机化学实验教学目的和任务

有机化学是一门以实验为主的学科,掌握好实验的基本理论和基本操作是提高有机化学教学质量的重要环节。通过实验,既可验证理论,巩固和加深对理论的理解,又可学会和掌握有机化学实验的基本操作,使理论与实践紧密联系起来,还可培养独立的工作能力、严谨的思维和实事求是的科学态度,为今后的学习和工作打下基础。通过有机化学实验的教学要达到以下目的:

(1) 让学生掌握有机化学实验的基本操作技术,培养学生的动手能力。使他们具备正确地进行单元操作、制备实验,以及分离和表征制备产品的能力。

(2) 使学生了解红外光谱仪等仪器的使用。

(3) 培养学生书写合格的实验报告,并初步具备查阅文献的能力。

(4) 使学生掌握一定的实验方法、形成良好的操作习惯以及实事求是和严谨的科学态度。

为此,本书首先介绍有机化学实验的一般知识,学生在进行有机化学实验之前,应当认真学习和领会这部分内容。

二、有机化学实验室守则

有机化学实验中经常用到一些易燃、易爆的药品(如乙醇、苯和乙醚等)和腐蚀性的药品(如浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱等),实验过程中经常使用玻璃器皿、燃气、电器设备等。因此,在实验过程中要时刻注意安全问题,特别是刚刚接触有机化学实验的低年级学生,更要认真做好课前预习,了解所做实验中用到的物品和仪器的性能、用途、可能出现的问题及预防措施,并严格按照操作规程进行实验,确保实验的顺利进行。为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,学生必须遵守下列规则:

(1) 在进入有机化学实验室之前,必须认真阅读和了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前,认真预习有关实验的内容及阅读相关的参考资料,写好实验预习报告,方可进行实验。没有达到预习要求者,不得进行实验。

(2) 每次实验,先将仪器组装好,经指导教师检查合格后,方可进行下一步操作。在操作前,思考每一步操作的目的、意义,实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

(3) 实验中严格按操作规程操作,如要改变,必须经指导教师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象,如实做好记录。实验完成后,由指导教师登记实验结果,并将产品回收统一保管。课后,按时写出符合要求的实验报告。

(4) 在实验过程中,不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。不能穿拖鞋、背心等暴露



过多的服装进入实验室,实验室内不能吸烟和饮食。

(5) 在实验过程中保持实验室的环境卫生。公用仪器用完后,放回原处,并保持原样。药品取完后,及时将盖子盖好,保持药品台清洁。液体样品一般在通风橱中量取,固体样品一般在称量台上称取。仪器损坏应及时报告补齐。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,禁止倒在水池中,以免堵塞。

(6) 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,仪器洗、挂、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。值日生待做完值日后,再请指导教师检查、签字。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

三、有机化学实验室的安全知识

实验室的安全关系到每个人的生命安危,无论是刚进实验室的新同学,还是有多经验的教师和技术人员,都要随时注意,做到谨慎小心。必须指出的是,对于安全性不确定的实验一定要做好防护工作,不允许存在任何侥幸心理。对实验内容的无知以及在实验过程中的急躁情绪往往会酿成实验事故,危害自己和他人的安全。因此所有参与实验的人员都要掌握必要的安全常识,并在实验过程中随时保持警惕,对实验室内的异常现象(包括声音、气味等)要保持警觉,及时查明原因并正确处理。

进入实验室要做好个人防护,建议穿白色实验服,便于及时发现沾上的药品,更好地起到保护作用。实验进行时应经常注意仪器有无漏气、碎裂,反应进行是否正常,蒸馏、回流和加热用仪器一定要和大气接通。凡可能发生危险的实验,应采取必要的防护措施,在操作时应加置防护屏或戴防护眼镜、面罩和手套等。清楚了解消防器材如石棉布、沙箱、灭火器以及急救箱的放置地点和使用方法。

在实验中我们经常会使用有机试剂和溶剂,这些物质大多数都易燃、易爆,而且具有一定的毒性。虽然在选择实验药品时,我们尽量选用低毒性的溶剂和试剂,但当大量使用时,其对人体也会造成一定的伤害,因此,防火、防爆、防中毒已成为有机实验中的重要问题。同时,应注意安全用电,还要防止割伤和灼伤事故的发生。

1. 事故的预防和处理

实验中如果按照操作规程操作,多数事故是可以预防的。

(1) 防火

① 使用易燃、易爆气体(如氢气、乙炔等)时,要保持室内空气流通。严禁明火并防止一切火星的产生,如敲击、拨弄电器的开关等易产生火花,有些机械搅拌器的电刷也极易产生火花,应尽量避免。禁止在此实验环境内使用移动电话。

② 实验中使用的有机溶剂大多易燃,如乙醚、苯、乙醇、丙酮等,不能用烧杯等敞口容器盛装,更不能直接加热易燃液体,装有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源,数量较多的易燃有机溶剂应放在危险药品柜内。而蒸馏乙醚或二硫化碳时应采用水浴加热,并远离火源。

③ 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时具有较大的蒸气压,空气中混杂的易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇有明火即会发生燃烧爆炸。有机溶剂蒸气都比空气的比重大,会沿着桌面或地面飘移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废液缸内,用过的溶剂要设法回收。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂,如乙醚)时,整套装置切勿漏气,接收器



支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。

④ 常压蒸馏操作时,蒸馏装置不能完全密闭。减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器,不可用锥形瓶,否则由于受力不均可能发生炸裂。回流或蒸馏液体时应放沸石或在搅拌中进行,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放,否则向过热溶液中放入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴或水浴。冷凝水要保持畅通,若冷凝管忘记通水,大量蒸气来不及冷凝而逸出,也易造成火灾。

(2) 防爆

在实验时也可能发生爆炸事故,应高度重视。为杜绝事故,应注意下列几点:使用易燃易爆物(如乙炔、氢气、过氧化物、叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等)或遇水易爆炸的物质(如钠、钾等)时,应严格按操作规程进行,如金属钠、钾不能露置空气中,应保存在石蜡或煤油中;浓硝酸、高氯酸和过氧化氢等氧化剂与有机物接触,极易引起爆炸,使用时应特别小心;有的放热反应过于猛烈,生成大量气体,可能引起爆炸,所以应根据不同情况,采取控制加料速度、冷冻或增加防护措施(如防护面罩、安全屏等)等以保障安全;有些有机化合物如醚或共轭烯烃,久置后会生成易爆炸的过氧化物,须作特殊处理后才能应用;常压蒸馏或加热回流时,切勿在封闭系统内进行,并经常检查仪器各部分有无堵塞现象;减压蒸馏时,不得使用受压不均的仪器(如锥形瓶等),必要时戴上防护面罩;发现燃气管、阀门漏气时,应立即关闭总阀门,打开窗户,并通知有关人员进行修理;有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心;存放试剂时,应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开;用过的残渣必须及时回收,或用乙醇处理。

(3) 防毒

化学试剂大多具有毒性,可引起急性或慢性中毒。中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触了有毒试剂。为了防止中毒,除了保持室内通风、勤洗手外,还要注意下列几点:称量任何化学试剂都应使用药勺等工具移取,不得用手直接接触,更不能触及伤口,若试剂沾在皮肤上应及时用水冲洗干净;处理有毒物质(如氰化物、汞化物、硫酸二甲酯、有机磷和生物碱等)和腐蚀性物质(如溴、卤化氢、硫酸和硝酸等)应在通风橱中进行,并戴上防护眼镜和橡皮手套;对沾染过有毒物质的仪器、用具以及因打破温度计而洒出的水银,要采取适当的方法及时处理;开启存有挥发性药品的瓶塞和安瓿时,必须注意瓶内所盛物品的性质,充分冷却,然后开启(开启安瓿时需要用布包裹);开启药品试剂瓶时瓶口须指向无人处,以免液体喷溅伤人,如遇瓶塞不易开启时,切不可用火加热或乱敲瓶;若出现中毒症状,应到空气新鲜的地方休息,严重者应及时送医院治疗。

(4) 防触电

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置,而且要掌握它们的使用方法。实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好,再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再拔插头。

(5) 防割伤

割伤是实验中最常见的事故之一。为了避免割伤应注意以下几点:玻璃管或玻璃棒



折断时不能用力过猛,以防破碎;截断后断面锋利,应在小火上烧熔使之变圆滑;将玻璃管或温度计插入塞子或橡皮管中时,应先检查塞孔大小是否合适,再涂点水或甘油润滑后,用布裹住逐渐旋转而入,同时拿玻璃管的手应靠近塞子,否则易使玻璃管折断,引起严重割伤;打扫桌面上的碎玻璃及毛细管时要小心,以免划伤。

2. 常见事故的处理和急救方法

如果操作不慎,造成实验事故,切勿惊慌。只要采取正确的处理方法,即可防止事故扩大。下面介绍一下实验室经常遇到的一些事故的预防及处理方法。

(1) 火灾的处理

着火是有机化学实验室内经常面临的危险,如发生着火事故,切勿惊慌。实验室起火一般是由少量溶剂引起的,刚开始很容易控制,只要处理得当,一般不会造成严重的危害。

水一般不能用来给有机物灭火,因为有机物往往比水轻,泼水后不但不会熄灭,有机物反而漂浮在水面上燃烧。

少量溶剂着火可用湿布或石棉布盖灭。若火势较大,首先要切断电源,关闭燃气开关,移开未着火的易燃物,然后根据易燃物的性质设法扑灭。

油脂、电器及贵重仪器等着火时,要用二氧化碳灭火器灭火。使用时应打开灭火器上面开关,对准火源喷射,还要注意手不能握住喇叭筒,以免冻伤。泡沫灭火器虽具有较好的灭火性能,但喷出大量碳酸氢钠和氢氧化铝,会给火灾后现场的处理带来困难。

如遇金属钠着火,要用细沙或石棉布扑灭。衣服着火时,不要在室内乱跑,应就近用水扑灭或卧倒打滚,闷熄火焰。

(2) 灼伤的处理

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

皮肤接触火焰或灼热物体(如烧热的铁圈、煤气灯管、玻璃管等)会造成灼伤,可涂抹凡士林或烫伤膏,重伤者要送医处理。

如遇化学试剂灼伤,要根据不同情况采取不同的处理方法:因酸或碱灼伤时,应先用大量水冲洗,酸灼伤再用1%碳酸氢钠溶液冲洗,碱灼伤再用1%硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗片刻,涂少量油脂;因酸引起的灼伤特别严重时,应立即用水冲洗后用乙醇或2%硫代硫酸钠溶液洗至患处不再有黄色,再用甘油按摩,保持皮肤滋润;被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,再用酒精揩洗或用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;被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏;试剂溅入眼内,应立即用水冲洗15 min,并尽快送医处理。

(3) 割伤的处理

割伤是实验中最常见的事故之一。发生割伤事故要及时处理,取出伤口内的玻璃残渣,用水洗净伤口,用创可贴贴紧或涂以碘酒消毒后包扎,严重者要送医处理。

(4) 中毒的处理

溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来,用大量水冲洗口腔;如已咽下时,应根据毒物的性质服解毒剂,并立即送医院急救。

腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮大量的水,然后服饮醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。



刺激性及神经性中毒：先服牛奶或鸡蛋白使之缓和，再服用硫酸铜溶液（约 30 g 溶于一杯水中）催吐，有时也可以用手指伸入喉部催吐后，再立刻到医院就诊。

吸水气体中毒：将中毒者转移至室外，解开衣服及纽扣，对于吸入少量氯气或溴气者，可用碳酸氢钠漱口。

四、有机化学实验室常用的仪器和装置

1. 常用玻璃仪器

(1) 有机化学实验室常用标准接口玻璃仪器

标准接口玻璃仪器也称磨口仪器，是具有标准化磨口或磨塞的玻璃仪器。由于仪器口塞尺寸的标准化、系统化、磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意连接，各部件能组装成各种配套仪器。与不同类型规格的部件无法直接组装时，可使用转换接头连接。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子造成的不便，又能避免反应物或产物被塞子玷污的影响。标准接口玻璃仪器的口、塞磨砂性能良好，密合性可达较高真空度，对蒸馏尤其减压蒸馏有利，对毒性或挥发性液体的实验较为安全。标准接口玻璃仪器均按国际通用技术标准制造，当某个部件损坏时可以选购。

标准接口仪器的每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志，表明规格。常用的有 10, 12, 14, 16, 19, 24, 34, 40 等，这些数字系指磨口最大端直径的毫米数。而有的标准接口玻璃仪器有两个数字，如 10/30，其中 10 表示磨口大端的直径为 10 mm，30 表示磨口的高度为 30 mm。

图 1-1 为常见有机化学实验制备用的标准接口玻璃仪器。

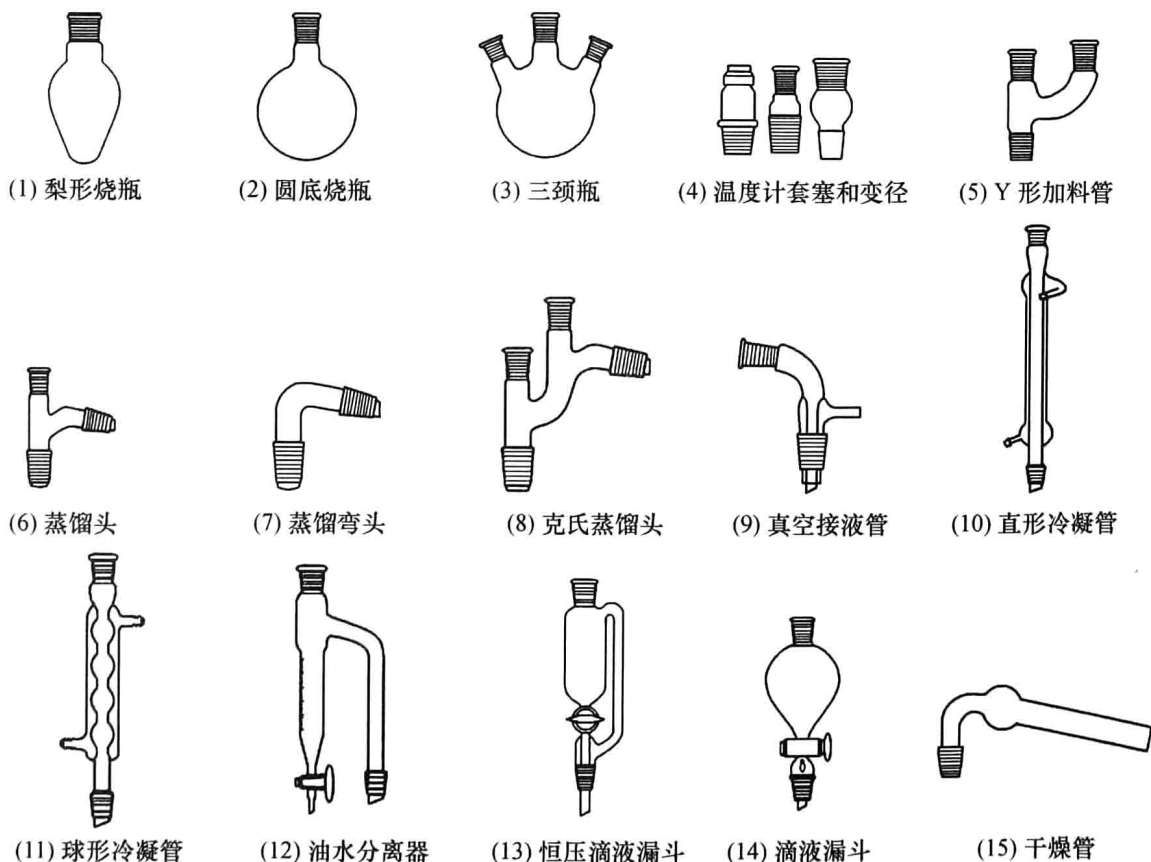


图 1-1 常用标准接口玻璃仪器



(2) 普通玻璃仪器

尽管标准磨口仪器已普及使用,但它不可能完全取代普通玻璃仪器,如量筒、烧杯、表面皿等,图 1-2 列举了几种常用的普通玻璃仪器。

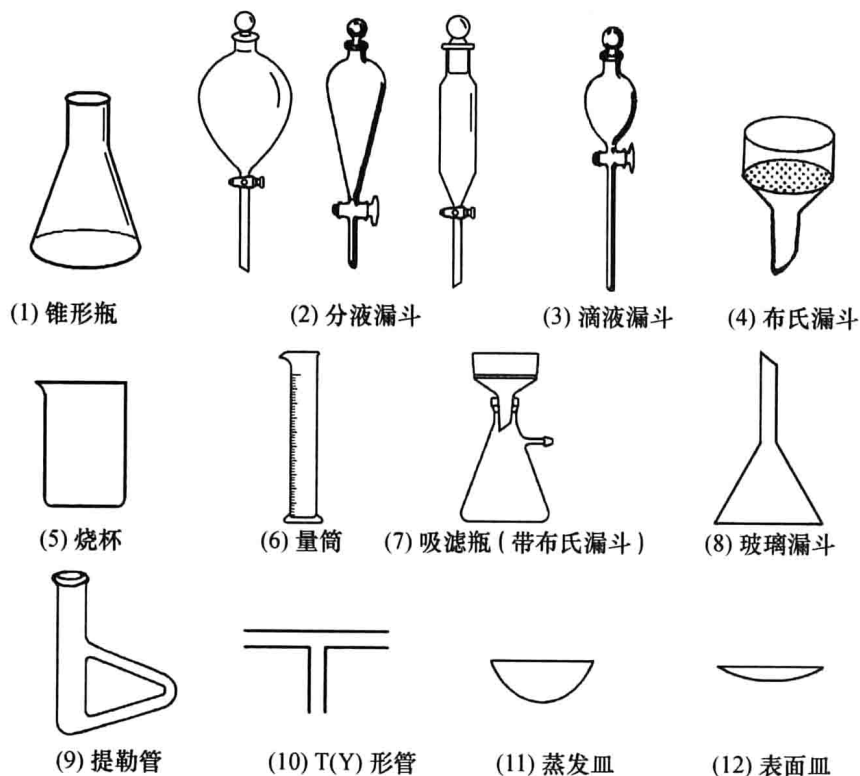


图 1-2 常用的普通玻璃仪器

2. 电学仪器及小型机电设备

(1) 电吹风

实验室中使用的电吹风应可吹冷风和热风,供干燥玻璃仪器之用。宜放干燥处,防潮、防腐蚀,定期加润滑油。

(2) 红外灯

红外灯是实验室常备的用于产生热量的灯泡,经常在烘干少量固体试剂或结晶产品时使用,烘干低熔点固体时要注意经常翻动,防止固体熔化,切忌把水溅到热灯泡上而引起灯泡炸裂。

(3) 电加热套

电热套(或叫电热帽)是玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器(如图 1-3 所示),常用于加热和蒸馏易燃有机物,因为它不使用明火,具有不易引起着火的优点,热效率也高。其加热温度用调压变压器控制,最高可达 400°C 左右,是有机试验中一种简便、安全的加热装置。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配,从 50 mL 起,各种规格均有。电热套主要作为回流加热的热源。但要注意,进行蒸馏或减压蒸馏时,随着蒸馏的进行,瓶内物质逐渐减少,使用电热套加热就会使瓶壁过热,造成蒸馏物被烤焦的现象。这时若选用大一号的电热套,在蒸馏过程中不断降低垫电热套的升降台的高度,就会减少烤焦现象。



图 1-3 电热套



(4) 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪(如图 1-4 所示)主要用于在减压条件下连续蒸馏大量易挥发性溶剂,尤其适用于对萃取液的浓缩和色谱分离时接收液的蒸馏,可以分离和纯化反应产物。旋转蒸发仪的基本原理就是减压蒸馏,也就是在减压情况下,当溶剂蒸馏时,蒸馏烧瓶连续转动,蒸馏烧瓶是一个带有标准磨口接口的梨形或圆底烧瓶,通过一高度回流蛇形冷凝管与减压泵相连,回流冷凝管另一开口与带有

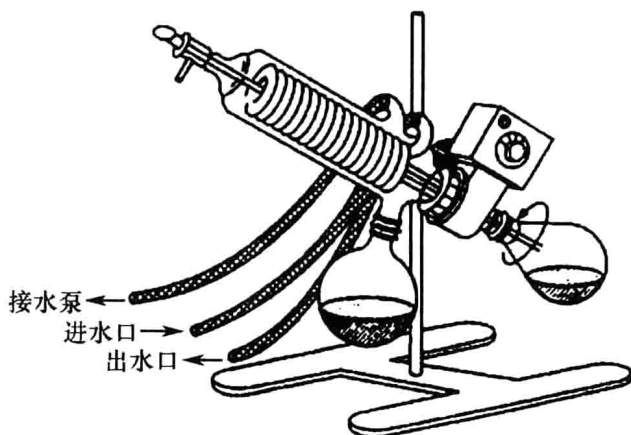


图 1-4 旋转蒸发仪

磨口的接收烧瓶相连,用于接收被蒸发的有机溶剂。在冷凝管与减压泵之间有一三通活塞,当体系与大气相通时,可以将蒸馏烧瓶、接收烧瓶取下,转移溶剂。当体系与减压泵相通时,则体系应处于减压状态。使用时,应先减压,再开动电动机转动蒸馏烧瓶;结束时,应先停机,再通大气,以防蒸馏烧瓶在转动中脱落。作为蒸馏的热源常配有相应的恒温水槽。

(5) 调压变压器

调压变压器是调节电源电压的一种装置,常用来调节加热电炉的温度、调整电动搅拌器的转速等,使用时应注意以下几点。

① 电源应接到注明为输入端的接线柱上,输出端的接线柱与搅拌器或电炉等的导线连接,切勿接错。同时变压器应有良好的接地。

② 调节旋钮时应当保持均匀缓慢的速度,防止因剧烈摩擦而引起火花或炭刷接触点受损。若炭刷磨损较大时应予更换。

③ 不允许长期过载,以防烧毁或缩短使用期限。

④ 炭刷及绕线组接触表面应保持清洁,经常用软布抹去灰尘。

⑤ 使用完毕后应将旋钮调回零位,并切断电源,放在干燥通风处,不得靠近有腐蚀性的物体。

(6) 机械搅拌器

机械搅拌器主要包括三部分:电动机、搅拌棒和搅拌密封装置。

电动机是动力部分,固定在支架上,由调速器调节其转动快慢。搅拌棒与电动机相连,当接通电源后,电动机就带动搅拌棒转动而进行搅拌。搅拌密封装置是搅拌棒与反应器连接的装置,它可以使反应在密封体系中进行。搅拌的效率在很大程度上取决于搅拌棒的结构,因此应根据反应器的大小、形状、瓶口的大小及反应条件的要求,选择较为合适的搅拌棒。

机械搅拌器在有机实验中起到搅拌的作用。一般适用于油、水等溶液或固-液反应中,不适用于过黏的胶状溶液。若超负荷使用,很易发热而烧毁。使用时必须接上地线,平时应注意经常保持清洁干燥,防潮防腐蚀,轴承应经常加油保持润滑。

(7) 磁力搅拌器

由于磁力搅拌器容易安装,因此可以用来进行连续搅拌。尤其当反应量较少或反应



在密闭条件下进行时,磁力搅拌器的使用更为方便。但缺点是一些黏稠液或是有大量固体参加或生成的反应,磁力搅拌器无法顺利使用,这时就应选用机械搅拌器作为搅拌动力。

磁力搅拌器是利用磁场的转动来带动磁子的转动。磁子是在一小块金属上用一层惰性材料(如聚四氟乙烯等)包裹制成的。磁子也可以自制:将一截 10[#] 铁丝放入细玻璃管或塑料管中,再将两端封口即得。磁子长度有 10 mm, 20 mm, 30 mm 等规格,还有更长的。磁子形状有圆柱形、椭圆形和圆形等,可根据实验要求来选用。

(8) 烘箱

烘箱主要用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、加热时不分解的物品。挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱内,以免发生爆炸。

烘箱使用说明:接上电源后,即可开启加热开关,再将控温旋钮由“0”位顺时针旋至一定程度(视烘箱型号而定),此时烘箱内即开始升温,红色指示灯发亮。若有鼓风机,可开启鼓风机开关,使鼓风机工作。当温度上升至工作温度时(由烘箱顶上温度计读数观察得知),即将控温器旋钮按逆时针方向缓慢旋回,旋至指示灯刚熄灭。在指示灯明灭交替处即为恒温定点。一般干燥玻璃仪器时应先沥干,无水滴下时才能放入烘箱,升温加热,将温度控制在 100℃~120℃。实验室中的烘箱是公用仪器,往烘箱里放玻璃仪器时应自上而下依次放入,以免残留的水滴流下使下层已烘热的玻璃仪器炸裂。取出烘干后的仪器时,应用干布衬手,防止烫伤;取出后不能碰水,以防炸裂。取出后的热玻璃器皿,若任其自行冷却,则器壁常会凝上水汽,可用电吹风吹入冷风助其冷却,以减少壁上凝聚的水汽。

(9) 真空泵

根据使用的范围和抽气效能可将真空泵分为三类:

① 一般水泵,压强可达到 1.333 kPa~100 kPa (10 mmHg~760 mmHg),为“粗”真空。

② 油泵,压强可达 0.133 Pa~133.3 Pa (0.001 mmHg~1 mmHg),为“次高”真空。

③ 扩散泵,压强可达 0.133 Pa (10 mmHg~3 mmHg) 以下,为“高”真空。

在有机化学实验室里常用的减压泵有水泵和油泵两种,若不要求很低的压力时可用水泵,如果水泵的构造好且水压又高,抽空效率可达 1 067 Pa~3 333 Pa (8 mmHg~25 mmHg)。水泵所能抽到的最低压力理论上相当于当时水温下的水蒸气压力。例如,当水温为 25℃, 20℃, 10℃ 时,水蒸气的压力分别为 3 192 Pa, 2 394 Pa, 1 197 Pa (8 mmHg~25 mmHg)。用水泵抽气时,应在水泵前装上安全瓶,以防水压下降,水流倒吸;停止抽气前,应先放气,然后关水泵。

若要较低的压力,就可选用油泵,好的油泵能抽到 133.3 Pa (1 mmHg) 以下。油泵的好坏决定于其机械结构和油的质量,使用油泵时必须将其保护好。如果蒸馏挥发性较大的有机溶剂时,有机溶剂会被油吸收,结果增加了蒸气压,从而降低了抽空效能;如果是酸性气体,那就会腐蚀油泵;如果是水蒸气,就会使油成乳浊液而抽坏真空泵。因此使用油泵时必须注意下列几点:

① 在蒸馏系统和油泵之间,必须装有吸收装置。蒸馏前必须用水泵彻底抽去系统中有机溶剂的蒸气。



② 能用水泵抽气的,则尽量用水泵,如蒸馏物质中含有挥发性物质,可先用水泵减压抽降,然后改用油泵。

③ 减压系统必须保持密不漏气,所有的橡皮塞的大小和孔道要合适,橡皮管要用抽真空专用橡皮管。玻璃仪器磨口涂上真空油脂。

3. 其他仪器设备

(1) 台秤

在有机化学实验室中,常用于称量物体的仪器是台秤。台秤的最大称量为 1 000 g,或 500 g,能称准到 1 g。若用药物台秤(又称小台秤),最大称量为 100 g,能称准到 0.1 g。

(2) 电子天平

在半微量制备实验中经常使用电子天平,电子天平根据使用目的的不同,其精度有多种规格可供选择,与普通机械天平相比,它具有称量准确、操作简单、方便快捷的特点。电子天平为精密仪器,操作时要小心,往秤盘里放置物品时手要轻。秤盘虽是不锈钢制作的,但它很易受酸、碱和氧化物的腐蚀,要尽量避免与上述试剂的接触。不小心掉在秤盘上的试剂要及时清理干净。被称物品不要超过天平的称量范围。要有足够的通电预热时间以使天平趋向稳定。电子天平使用时要置于避风处。

(3) 钢瓶

钢瓶又称高压气瓶,是一种在加压下贮存或运送气体的容器,通常有铸钢的、低合金钢的等。氢气、氧气、氮气、空气等在钢瓶中呈压缩气状态,二氧化碳、氨、氯、石油气等在钢瓶中呈液化状态。乙炔钢瓶内装有多孔性物质(如木屑、活性炭等)和丙酮,乙炔气体在压力下溶于其中。为了防止各种钢瓶混用,全国统一规定了瓶身、横条以及标字的颜色,予以区别。现将常见的几种钢瓶的标色摘录于表 1-1 中。

表 1-1 常见气体钢瓶的颜色及其特征

气体名称	钢瓶颜色	瓶体字样	字体颜色	瓶上横条颜色
氧气	天蓝	氧		黑
氢气	深绿	氢	红	红
氮气	黑	氮	黄	棕
氦气	灰	氦		白
空气	黑	压缩空气		白
氯气	草绿	氯	白	白
氨气	黄	氨		黑
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	黄
乙炔	白	乙炔		红

使用钢瓶时应注意:

① 钢瓶应放置在阴凉、干燥、远离热源的地方,避免日光直晒。氢气钢瓶应放在与实验室隔开的气瓶房内。

② 搬运钢瓶时要旋上瓶帽,套上橡皮圈,轻拿轻放,防止摔碰或剧烈振动。

③ 使用钢瓶时,如直立放置应有支架或用铁丝绑住,以免摔倒。如水平放置应垫稳,防止滚动,还应防止油和其他有机物玷污钢瓶。



④ 钢瓶使用时要用减压表,一般可燃性气体(氢、乙炔等)钢瓶气门螺纹是反向的,不燃或助燃性气体(氮、氧等)钢瓶气门螺纹是正向的。各种减压表不得混用。开启气门时应站在减压表的另一侧,以防减压表脱出而被击伤。

⑤ 钢瓶中的气体不可用完,应留有 0.5% 表压以上的气体,以防止重新灌气时发生危险。

⑥ 使用可燃性气体时一定要防止回火的装置(有的减压表带有此种装置)。在导管中塞细铜丝网、管路中加液封可以起保护作用。

⑦ 钢瓶应定期试压检验(一般钢瓶 3 年检验一次)。逾期未经检验或锈蚀严重时不得使用,漏气的钢瓶不得使用。

(4) 减压表

减压表由指示钢瓶压力的总压力表、控制压力的减压阀和减压后的分压力表三部分组成。使用时应注意,把减压表与钢瓶连接好后(勿猛拧),将减压表的调压阀旋到最松位置(即关闭状态)。然后打开钢瓶总气阀门,总压力表即显示瓶内气体总压。检查各接头不漏气后,方可缓慢旋紧调压阀门,使气体缓缓送入系统。使用完毕时,应首先关紧钢瓶总阀门,排空系统的气体,待总压力表与分压力表均指到 0 时,再旋松调压阀门。如钢瓶与减压表连接部分漏气,应加垫圈使之密封,切不能用麻丝等物堵漏,特别是氧气钢瓶连接减压表绝对不能涂油,这更应特别注意。

(5) 气压计

气压计的作用是指示系统内的压力,通常采用水银气压计。在厚玻璃管内盛水银,管背后装有移动标尺,移动标尺将零度调整在接近活塞一边玻璃管 B 中的水银平面处。当减压泵工作时,A 管汞柱下降,B 管汞柱上升,两者之差表明系统的压力。使用时必须注意勿使水或脏物侵入气压计内,水银柱中也不得有气泡存在,否则将影响测定压力的准确性。

封闭式水银气压计的优点是轻巧方便,但如有残留空气或是引入了水或杂质时,则准确度受到影响。这种气压计装入水银时要严格控制不让空气进入,方法是先将纯净水银放入小圆底烧瓶,然后用与气压计相连的高效油泵抽气至 1 333 Pa 以下(10 mmHg 到 1 mmHg),并轻拍小烧瓶,使泵内的气泡逸出,用电吹风微热玻璃管使气体抽出,然后把水银注入 U 形管停止抽气放入大气即成。

开口式水银气压计装汞比较方便,比较准确,所用玻璃管的比度要超过 760 mm。U 形管两臂汞柱的高度之差即为公共压力与系统压力之差。

(6) 金属用具

有机化学实验中常用的金属用具有铁架、铁夹、铁圈、三脚架、水浴锅、镊子、剪刀、三角锉刀、压塞机、打孔器、水蒸气发生器、煤气灯、不锈钢刮刀、升降台等。

4. 有机化学实验室常用装置

一个复杂的有机化学实验通常是由几个单元反应组合而成的,所用的仪器装置也相对比较固定,常用的单元反应装置有回流、蒸馏、精馏、气体吸收、滴加、搅拌和气体发生等,使用时可根据具体的反应要求做适当的调整。

(1) 蒸馏及分馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体的常用方法,蒸馏能分离沸点相差 30 ℃