

※ 高等院校应用型化工人才培养系列丛书

有机化学实验 操作与设计

谢宗波 乐长高 © 主编

 华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

高等院校应用型化工人才培养系列丛书

有机化学实验操作与设计

谢宗波 乐长高 主编

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验操作与设计/谢宗波,乐长高主编.
—上海:华东理工大学出版社,2014.11
(高等院校应用型化工人才培养系列丛书)
ISBN 978-7-5628-3980-4

I. ①有… II. ①谢… ②乐… III. ①有机化学—化
学实验—高等学校—教学参考资料 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 158975 号

高等院校应用型化工人才培养系列丛书

有机化学实验操作与设计

主 编 / 谢宗波 乐长高

策划编辑 / 郭 艳

责任编辑 / 张 萌

责任校对 / 李 晔

封面设计 / 裘幼华

出版发行 / 华东理工大学出版社有限公司

地 址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电 话: (021)64250306(营销部)

(021)64252174(编辑室)

传 真: (021)64252707

网 址: press.ecust.edu.cn

印 刷 / 江苏句容市排印厂

开 本 / 787mm×1092mm 1/16

印 张 / 11

字 数 / 265 千字

版 次 / 2014 年 11 月第 1 版

印 次 / 2014 年 11 月第 1 次

书 号 / ISBN 978-7-5628-3980-4

定 价 / 19.80 元

联系我们: 电子邮箱 press@ecust.edu.cn

官方微博 e.weibo.com/ecustpress

淘宝官网 <http://shop61951206.taobao.com>



前 言

有机化学是一门以实验为基础的学科,学习有机化学必须认真做好有机化学实验。有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分,通过实验可全面训练学生的基本操作技能。实验教学可配合课堂教学,验证、巩固和加深课堂讲授的基础知识和基本理论;培养学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,以形成实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和良好的实验习惯;通过系统的实践训练同样能培养学生的创新思维和创新能力,为今后的工作、学习或科研打下坚实的基础。

随着科技的进步,有机实验新方法和新技术在不断涌现;随着时代的发展,人才培养目标也处于不断变化之中。为了适应社会发展对化学化工类专业人才培养要求的变化,实验教材应充分体现科学性、先进性、适用性和系统性,应以实践及创新能力的培养为主线,加强基本操作训练,引入新技术、新方法,拓展综合性和设计性实验,推广实验教学的绿色化。

基于此,我们结合多年的有机实验教学经验,并参考了大量文献资料编写了此书。主要包括:基础知识、基本操作、有机合成实验、天然产物制备实验及性质实验等,综合性和系统性较强;引入了5个“双语实验”,有利于学生专业英语能力的培养;同时也对“设计性实验”的要点和要求等进行了探讨,供开设设计性实验时参考。本书知识覆盖面较广,层次分明、循序渐进,注重有机化学实验的基础性、实用性和可操作性,可供高等院校化学、化工、材料、生物及相关专业的师生选用。

本书编写过程中,我们参考了大量文献资料,并在参考文献中列出,如有遗漏深表歉意,并敬请谅解;也得到了我校有机化学教研室全体教师的大力支持和热情指导,在此一并表示感谢。

由于作者水平有限,编写时间仓促,错误和不妥之处敬请批评指正。

编者

2014年8月

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室的安全知识	2
1.3 有机化学实验常用玻璃仪器、实验装置及设备	5
1.4 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	16
第 2 章 有机化学实验的基本操作	22
2.1 加热、冷却和干燥	22
2.2 塞子钻孔和简单玻璃工操作	29
2.3 熔点的测定	32
2.4 沸点的测定	36
2.5 重结晶	38
2.6 萃取	41
2.7 常压蒸馏	46
2.8 减压蒸馏	48
2.9 水蒸气蒸馏	52
2.10 分馏	55
2.11 薄层色谱	59
2.12 柱色谱	63
2.13 紫外可见吸收光谱	66
2.14 红外光谱	67
2.15 核磁共振氢谱	69
第 3 章 有机化合物的制备	71
3.1 环己烯的制备	71
3.2 溴乙烷的制备	73
3.3 正溴丁烷的制备	76
3.4 对二叔丁基苯的制备	78
3.5 2-甲基-2-丁醇的制备	79
3.6 正丁醚的制备	81
3.7 苯乙酮的制备	82
3.8 苯叉丙酮的制备	84

3.9 (E)-1, 2-二苯乙烯的合成	86
3.10 安息香缩合反应	88
3.11 肉桂酸的制备	91
3.12 香豆素-3-羧酸的制备	93
3.13 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	95
3.14 乙酸乙酯的制备	97
3.15 苯甲酸乙酯的制备	99
3.16 乙酰乙酸乙酯的制备	101
3.17 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	104
3.18 苯胺的制备	106
3.19 乙酰苯胺的制备	109
3.20 对乙酰氨基苯磺酰氯的制备	111
3.21 对氨基苯磺酰胺的制备	113
3.22 甲基橙的制备	115
3.23 二苯甲酮肟的制备及其重排	117
3.24 邻氨基苯甲酸的制备	118
3.25 α -苯乙胺的制备及拆分	120
3.26 超声法制备苯甲酸	124
3.27 1-丁基-3-甲基咪唑六氟磷酸盐的制备	126
3.28 脲醛树脂的合成	127
3.29 从茶叶中提取咖啡因	130
3.30 从槐花米中提取芦丁	132
3.31 从红辣椒中分离红色素	135
3.32 设计性实验	137
第4章 有机化合物性质实验	140
4.1 不饱和烃的性质	140
4.2 芳烃的性质	141
4.3 卤代烃的性质	143
4.4 醇和酚的性质	144
4.5 醛和酮的性质	146
4.6 羧酸及其衍生物的性质	148
4.7 胺的性质	150
附录1 英文实验	153
Experiment I Preparation of Cyclohexene by Elimination	153
Experiment II Synthesis of Acetanilide	155
Experiment III Synthesis of Diazo Dye—Methyl Orange	157
Experiments IV Synthesis of Aspirin (ASA)	160

Experiment V Synthesis of Cinnamic Acid	162
附录 2 常用有机溶剂物理性质表	164
附录 3 常用有机溶剂极性表	166
附录 4 常见有机溶剂间的共沸混合物	166
附录 5 实验室常用的酸、碱	167
附录 6 一些溶剂与水形成的二元共沸物	167
参考文献.....	168

第 1 章 有机化学实验的一般知识

化学是一门以实验为基础的学科,而有机化学实验在整个化学实验中占有非常重要的地位,是化学相关专业必修的专业基础课程,重视和学好这门课程十分必要。

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,学生必须遵守有机化学实验室规则。

(1) 应做好实验前的准备工作,包括预习有关实验的内容,查找实验中所需要的试剂与药品的物理常数,查阅相关参考资料,准备好需要的实验器材等。与此同时,写好实验预习报告的学生方可进入实验室,没达到预习要求者,不得进行实验。学生的准备工作做得好,不仅能保证实验顺利进行,而且可以从实验中获得更多的知识。

(2) 进入实验室时,应熟悉实验室的环境,熟悉灭火器材、急救药箱的使用及放置的位置。学生应严格遵守实验室的安全守则,牢记每个实验操作中的安全注意事项,如有意外事故发生应立即报告老师并及时处理。学生进入实验室必须穿着实验服,实验室内严禁饮食和吸烟。

(3) 实验装置组装好后,要经实验指导教师检查合格后,方可进行下一步操作。在操作前,要了解每一步操作的目的是意义,清楚实验中的关键步骤、难点及注意事项,了解所用药品性质及应注意的事项。

(4) 实验时应保持安静,遵守纪律。要求精神集中、认真操作、细致观察、积极思考、忠实记录;实验过程中不得擅自离开实验室。

(5) 实验中,要遵从教师的指导,严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验;若有变动,必须征得指导教师同意后,方可进行。

(6) 应保持实验室的整洁,暂时不用的器材,不要放在桌面上,以免碰倒损坏。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃碎片等分别放在指定的地点,不得乱丢,更不得丢入水槽,废酸和废碱应分别倒入指定的废液缸中。

(7) 应爱护公共仪器和工具,在指定的地点使用,并保持整洁。要节约用水、电、煤气和药品;仪器损坏应如实填写破损单。

(8) 实验完毕后,应将个人实验台面打扫干净,仪器洗净并放好,拔掉电源开关,关闭水、电和煤气开关;学生的实验结果由指导教师登记,实验产品回收并统一管理;经指导教师检查合格,签字后方可离开实验室;实验课后,学生应按时写出符合要求的实验报告。

(9) 学生要轮流值日,值日生应负责整理好公共器材,打扫实验室,清理废液缸,检查

水、电、煤气开关是否关闭,关好门窗。学生离开实验室前,须再请指导教师检查、签字。

1.2 有机化学实验室的安全知识

有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的,所用的仪器大部分又是玻璃制品,所以在有机实验室中工作,若是粗心大意,就易发生如割伤、烧伤乃至火灾、中毒、爆炸等事故。因此,必须认识到化学实验室是潜在危险的场所。实验时,一定要重视安全问题,思想上提高警惕,严格遵守操作规程,加强安全措施。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防、处理和急救等内容。

1.2.1 实验室安全守则

(1) 实验开始前,应检查仪器是否完好无损,装置是否正确稳妥,在征求指导教师同意后,方可进行实验。

(2) 实验进行时,学生不得离开岗位,要时常关注反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

(3) 当进行有潜在危险的实验时,学生要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩、橡胶手套等。

(4) 在使用易燃、易爆药品时,应远离火源;实验试剂不得入口;严禁在实验室内吸烟、饮食;实验结束后要认真洗手。

(5) 学生应熟悉安全用具,如灭火器材、沙箱、石棉布、急救药箱等的放置地点和使用方法,并妥善保管;安全用具和急救药品不准移作它用。

1.2.2 实验室事故的预防

1.2.2.1 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是有机实验室常见的事故之一,应尽可能避免使用明火。防火的基本措施如下。

(1) 在操作易燃溶剂时要特别注意:①应远离火源;②勿将易燃、易挥发液体放在敞口容器中,如在烧杯中不能直接用火加热易燃、易挥发液体;③加热必须在水浴中进行,切勿使容器密闭,否则会发生爆炸;④当附近有暴露放置的易燃溶剂时,切勿点火。

(2) 在进行易燃物质实验时,应先将酒精等易燃的物质搬开。

(3) 蒸馏易燃的有机物时,装置不能漏气,若发现漏气,应立即停止加热,并检查原因。接收瓶应用窄口容器,如三角瓶等;蒸馏装置接收瓶的尾气出口应远离火源,最好用橡皮管引到下水道或室外。

(4) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:①应放入数粒沸石、素烧瓷片或一端封口的毛细管,以防止暴沸。如在反应后才发觉未放入沸石时,绝不能立即揭开瓶塞补放,而应该先停止加热,待被回流或蒸馏的液体冷却后才能加入,否则会因暴沸而发生事故。②严禁直

接用明火加热。③瓶内液体量最多只能装至容积的 2/3。④加热速度宜慢,避免局部过热。总之,回流或蒸馏低沸点易燃液体时,一定要谨慎。

(5) 油浴加热时,必须注意由于冷凝用水溅入热油浴中致使油溅到火源上而引起火灾。通常发生危险的主要原因是橡皮管在冷凝管上套得不牢、开水阀过快、水流过猛而把橡皮管冲掉,或者由于套不紧而漏水。所以,要求橡皮管要套紧,开水阀时要慢,使水流慢慢通入冷凝管中。

(6) 当处理大量易燃性液体时,应在通风橱或指定地方进行,室内应无火源。

(7) 不得把燃烧的或带有火星的火柴梗、纸条等乱抛乱扔,更不得丢入废液缸中,否则会发生危险。

(8) 实验室不得大量存放易燃、易挥发性物质。

(9) 使用煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气。

1.2.2.2 爆炸的预防

有机化学实验中预防爆炸的一般措施如下。

(1) 蒸馏装置必须正确。常压蒸馏不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通。减压蒸馏时,要用圆底烧瓶作为接收器,不能用三角烧瓶、平底烧瓶等不耐压容器作为接收器,否则易发生爆炸。

(2) 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。

(3) 切勿使易燃易爆的物质接近火源;有机溶剂,如乙醚和汽油的蒸气与空气相混合时极为危险,可能会因为一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(4) 使用乙醚时,必须检查有无过氧化物的存在,如果有过氧化物存在,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物,才能使用。

(5) 易爆炸的物质,如重金属炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能受重压或撞击,以免引起爆炸;对于这些危险的残渣,必须小心销毁。例如,重金属炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使其分解,重氮化合物可加水煮沸使其分解等。

(6) 卤代烷切勿与金属钠接触,因为两种物质接触后会发生剧烈反应而产生爆炸。

1.2.2.3 中毒的预防

(1) 剧毒药品要妥善保管,不许乱放,实验中所用的剧毒药品应有专人负责管理,并向使用剧毒药品者提出必须遵守的操作规程。实验后对有毒残渣必须进行妥善而有效的处理,不准乱丢。

(2) 有些剧毒药品会渗入皮肤,因此接触这些药品时必须戴橡胶手套,操作后立即洗手,切勿让剧毒药品直接接触五官或伤口。例如,氰化钠直接接触伤口后就会随血液循环至全身,严重者会造成中毒甚至死亡事故。

(3) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是有毒药品;任何药品不得用嘴品尝。

(4) 可能产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应该及时清洗;在使用通风橱时,不要把头部伸入橱内。

(5) 如发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,到通风良好的地方,严重者应及时送医院就医。

(6) 当发现实验室煤气泄漏时,应立即关闭煤气开关,打开窗户,并通知实验室工作人员进行检查和修理。

1.2.2.4 触电的预防

进入实验室后,首先应了解水、电、气开关的位置,并且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好,再打开电源开关。使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或用手握湿的物体接触电源插头。为了防止触电,用电设备的金属外壳应接地。

1.2.2.5 玻璃割伤的预防

使用玻璃仪器时最基本的原则是:不得对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,尤其是插入温度计时,要特别小心。

(2) 新割断的玻璃管或玻璃棒的断口处特别锋利,使用时要将断口处用火烧至熔化,使其成圆滑状。

1.2.2.6 灼伤的预防

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质之后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴上橡胶手套和防护眼镜。

1.2.3 实验室事故的处理和急救

1.2.3.1 火灾的处理和急救

一旦发生火灾,首先应立即切断电源,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;小火可用湿布、石棉布盖灭,火势较大时,应用灭火器扑灭。

有机溶剂在地面或桌面着火时,通常采用隔离空气的方法,用湿布或沙土盖灭扑救,但容器内着火时不易用沙子扑灭。

衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应迅速脱下衣服用湿布或石棉布覆盖将火熄灭,如果情况严重时就近在地上打滚(速度不要太快)将火焰扑灭,以免火焰烧向头部。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更加严重的后果。

电器着火时,必须先切断电源,然后再用二氧化碳、四氯化碳或干粉等灭火器灭火。切记不能用水去灭火。不管采用哪一种灭火器,都是从火的周围开始向中心扑灭,灭火器出口对准火焰底部。

1.2.3.2 玻璃割伤的处理和急救

玻璃割伤后,要仔细观察伤口有没有玻璃碎片,若有应用消过毒的镊子取出。一般轻伤,应及时挤出污血,用生理盐水洗净伤口,在伤口处涂上碘酒,再用绷带包扎;若受伤严重,流血不止,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止流血,并及时送医院治疗。

1.2.3.3 灼伤时的处理和急救

(1) 酸灼伤

皮肤被酸灼伤,立即用大量水冲洗,然后用5%碳酸氢钠溶液清洗,涂上油脂,并将伤口扎好;酸溅入眼睛,应抹去溅在眼睛外面的酸,用水冲洗,再用洗眼杯清洗,或将橡皮管套在水龙头上,用水对准眼睛冲洗后,立即到医院就诊,或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入

少许蓖麻油。酸洒在衣服上,应依次用水、稀氨水和水冲洗;酸洒在地板上,先撒上石灰粉,再用水冲洗。

(2) 碱灼伤

皮肤上,先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液清洗,再用水冲洗,最后涂上油膏,并包扎好。

眼睛上,抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液清洗后,滴入蓖麻油。

衣服上,先用水洗,然后用10%醋酸溶液洗涤,再用氢氧化铵中和多余的醋酸,最后用水冲洗。

(3) 溴灼伤

若溴沾到皮肤上,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤膏,将伤口处包好。若眼睛受到溴蒸气的刺激,暂时不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

(4) 热水灼伤

被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

上述各种急救方法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救之后,应迅速送医院诊治。

1.3 有机化学实验常用玻璃仪器、实验装置及设备

在有机化学实验中经常会用到一些玻璃仪器、实验装置及有关设备,了解实验中所使用的这些玻璃仪器、装置、设备及维护方法十分必要,这也是实验操作最基本的要求。

1.3.1 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器接口部位的尺寸大小都是统一的,即标准化的,相同编号的磨口可以相互连接,这样可免去配塞子及钻孔等手续,也能避免反应物或产物被软木塞或橡皮塞所污染。标准磨口玻璃仪器口径的大小,通常用数字来表示,该数字是指磨口最大端直径的毫米整数。常用的有10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50等。有时也用两个数字来表示,其中一组数字表示磨口最大端直径的毫米整数,另一组数字表示磨口的长度。例如14/30,表示此磨口最大端直径为14 mm,磨口长度为30 mm。相同编号的磨口、磨塞可以紧密连接。有时两个玻璃仪器,因磨口编号不同无法直接连接时,可借助不同编号的磨口转换接头(或称大小头)[见图1-1(6)]使之连接。

学生做常量实验时一般采用19号磨口玻璃仪器,做半微量实验时一般采用的是14号磨口玻璃仪器。图1-1是有机化学实验常用的标准磨口玻璃仪器。

使用标准磨口玻璃仪器时应该注意以下几点。

(1) 在安装玻璃仪器时要做到横平竖直,磨口连接处不应受歪斜的应力,否则仪器容易折断,特别是在加热时,仪器受热,应力更大。另外,安装玻璃仪器时不可用力过猛,以免仪器破裂。



图 1-1 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器

(2) 一般情况下,磨口处不必涂润滑剂,以免玷污反应物或产物,但反应中若使用强碱则要涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而黏结在一起,无法拆开。减压蒸馏时,应适当涂抹真空脂,以保证装置的密封性。

(3) 磨口玻璃仪器如果黏结在一起,不可用强力拆卸。可用电吹风对着黏结处加热,使

其膨胀而脱落,还可用水槌轻轻敲打黏结处使之分离。

(4) 玻璃仪器使用后应及时清洗干净,放置时间太久,磨口连接处容易黏结在一起,很难拆开。

(5) 标准磨口玻璃仪器的磨口处要干净,不得粘有固体物质。清洗时,应避免用去污粉擦洗磨口,否则会使磨口连接不紧密,甚至会损坏磨口。

(6) 带旋塞或具塞仪器(如滴液漏斗)清洗后不用时,应将旋塞与磨口之间用纸片隔开,以免黏结。

1.3.2 实验室常用的玻璃仪器装置

在有机化学实验中,安装好实验反应装置是做好实验的基本保证。反应装置一般根据实验要求进行组装。图 1-1 列出了一些常用的标准磨口玻璃仪器,利用这些基本“配件”可以搭建出常规有机实验中所需要的反应装置。常用的实验反应装置有回流装置、蒸馏装置、分馏装置、气体吸收装置、搅拌装置等。

1.3.2.1 回流装置

图 1-2 是一组常见的回流冷凝装置。在室温下,有些反应速率很慢或难以进行,为了使反应尽快进行,通常需要使反应物长时间保持沸腾状态。在这种情况下,就需要使用回流冷凝装置,这样,蒸气就能不断地在冷凝管内冷凝而返回到反应器中,以防止反应瓶中物质的挥发。进行实验操作时,将反应物放在圆底烧瓶中,在适当的热源上加热。冷凝管夹套中自下向上通冷凝水,使夹套充满水,水流速度不必太快,可使蒸气充分冷凝即可。加热程度也需控制,使蒸气上升的高度不超过冷凝管的 $1/3$ 。当回流温度不太高时(低于 140°C),通常选用球形冷凝管或直形冷凝管,前者较后者的冷凝效果更好一些。当回流温度较高时(高于 140°C),应选用空气冷凝管,因为球形或直形冷凝管通水,在高温下容易炸裂。如果反应物怕受潮,可在冷凝管上端配置装有块状无水氯化钙的干燥管来防止空气中湿气侵入[见图 1-2(2)]。如果反应中会放出有害气体(如 HCl 、 HBr 、 SO_2 等),可加接气体吸收装置[见图 1-2(3)],图 1-2(3)的烧杯中可装一些气体吸收液,如酸液或碱液,以吸收反应过程中产生的碱性或酸性气体。图 1-2(4)为回流时可以同时滴加液体的回流装置。图 1-2(5)为带有分水器的回流装置。图 1-2(6)是可以滴加液体的回流搅拌装置。

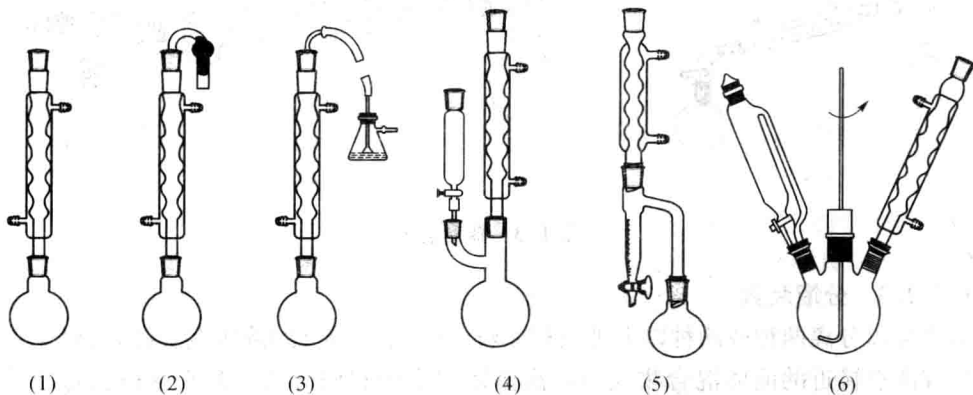


图 1-2 实验室常用的回流装置

加热回流前应加入沸石,防止液体暴沸。利用电热套加热时,瓶底距离电热套 0.5~1 cm。回流时要注意对温度进行控制,回流速度控制在每秒 1~2 滴或液体蒸气浸润不超过球形冷凝管的第二个球。

1.3.2.2 蒸馏装置

蒸馏是分离两种或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。常用的蒸馏装置见图 1-3。图 1-3(1)是最常用的蒸馏装置,由于这种装置出口处与大气相通,可能会逸出馏出液的蒸气,蒸馏低沸点液体时,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,可用作干燥的蒸馏。

图 1-3(2)是应用空气冷凝管的蒸馏装置,常用于蒸馏沸点在 140℃ 以上的液体;若使用直形水冷凝管,由于液体蒸气温度较高而会使冷凝管炸裂。图 1-3(3)为蒸馏较大量溶剂的装置,由于液体可自滴液漏斗中不断地加入,既可调节滴入和蒸出的速度,又可避免使用较大的蒸馏瓶,如果在蒸馏时放出有害气体,则需装配气体吸收装置。

如果蒸馏出的产品易受潮分解或是无水产品,可在接液管的支管上连接一含无水氯化钙的干燥管,如图 1-3(4)所示。

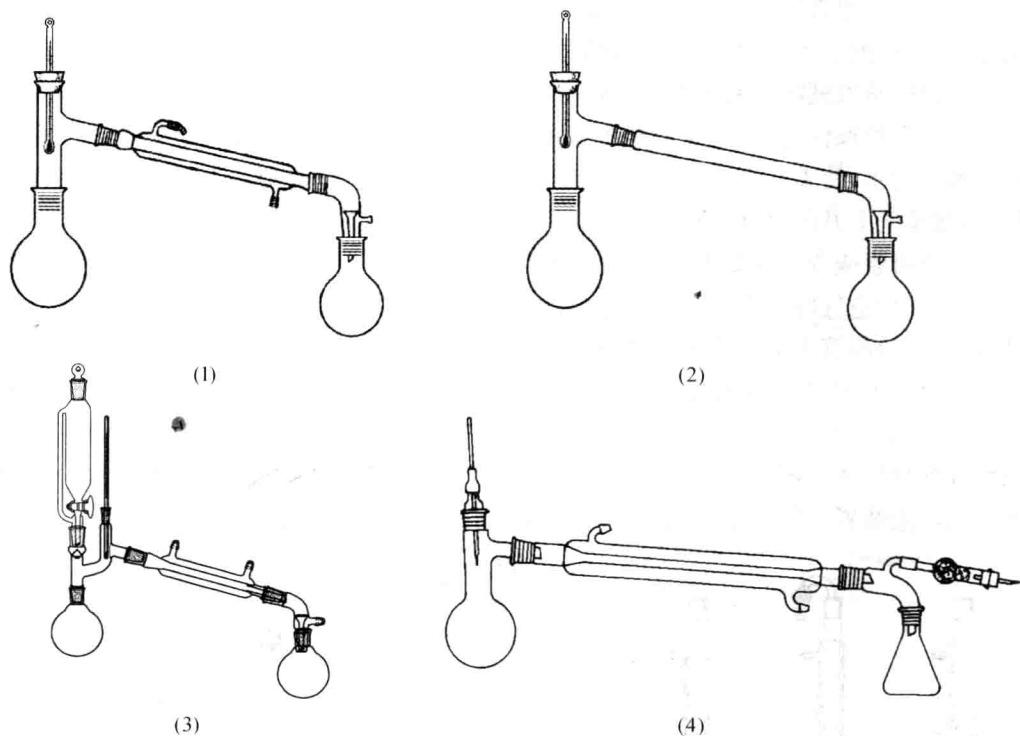


图 1-3 蒸馏装置

1.3.2.3 分馏装置

蒸馏可以分离两种或两种以上沸点相差较大(大于 30℃)的液体混合物,而对于沸点相差较小或沸点接近的液体混合物仅用一次蒸馏很难把它们分开。若想获得良好的分离效果,就要采用分馏的方法。

常见的分馏装置如图 1-4 所示,与蒸馏装置不同的地方就在于使用了一个分馏柱。实验室常用的分馏柱如图 1-5 所示,安装和操作都非常方便。图 1-5(1)是韦氏(Vigreux)分馏柱,也称刺形分馏柱,分馏效率不高,仅相当于两次普通的蒸馏。图 1-5(2)和图 1-5(3)为填料分馏柱,内部可装入高效填料来提高分馏效率。

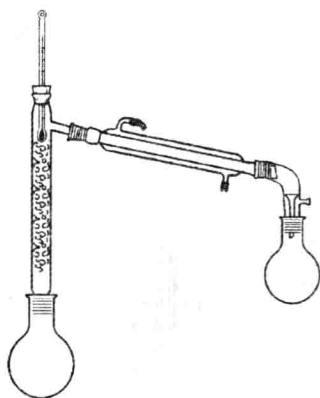


图 1-4 分馏装置

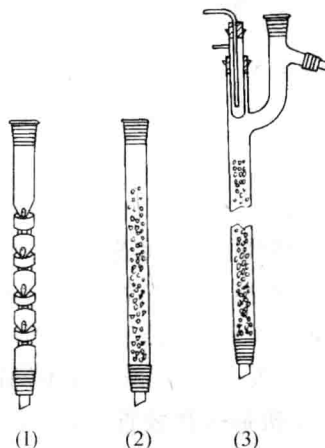


图 1-5 分馏柱

1.3.2.4 气体吸收装置

气体吸收装置如图 1-6 所示,用于吸收反应过程中生成的有刺激性的水溶性气体,如 HCl 、 SO_2 等。其中图 1-6(1)和图 1-6(2)可用作少量气体的吸收装置。图 1-6(1)中的玻璃漏斗应略微倾斜使漏斗口一半在水中,另一半在水面上。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,可使用图 1-6(3)的装置,水自上端流入(可利用冷凝管流出的水)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,以防止气体扩散到大气中。图 1-6(3)中的粗玻璃管也可用 Y 形管代替。

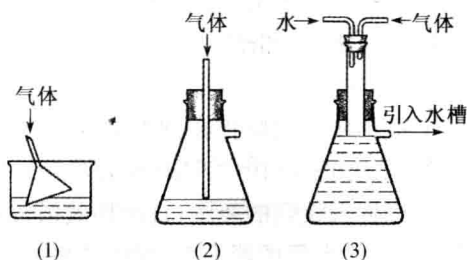


图 1-6 气体吸收装置

1.3.2.5 搅拌装置

(1) 搅拌装置

当反应在均相溶液中进行时,一般可以不用搅拌,因为加热时溶液存在一定程度的对流,从而保持液体各部分均匀地受热。

如果是非均相反应,或反应物之一为逐渐滴加时,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,需进行搅拌操作;有时反应产物是固体,必须搅拌反应才能顺利进行。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。

当反应混合物固体量少且反应混合物不是很黏稠时,可采用电磁搅拌,图 1-7(1)是电磁搅拌回流同时滴加液体的反应装置,可使用磁力搅拌电热套进行搅拌并加热。

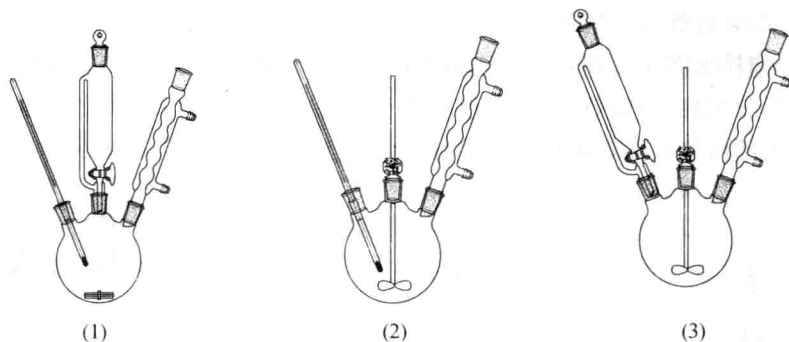


图 1-7 搅拌装置

当反应混合物固体量大或反应混合物较黏稠,利用电磁搅拌不能获得理想的搅拌效果时,可采用电动机械搅拌。电动机械搅拌是利用电机带动各种型号的搅拌棒进行搅拌。图 1-7(2)和图 1-7(3)是适合不同需要的两种机械搅拌装置。在装配机械搅拌装置时,可采用简单的橡皮管密封或液封管密封,如图 1-8 所示。

鉴于有机化学实验的实际情况,所使用的搅拌棒通常需要耐酸碱、腐蚀和高温,一般采用玻璃或包覆聚四氟乙烯的不锈钢等材料制成。

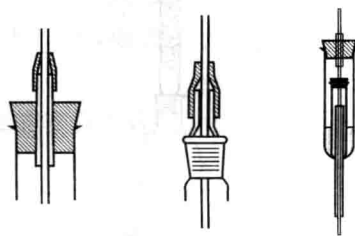


图 1-8 常用密封装置

搅拌机的轴头与搅拌棒之间可通过两节真空橡皮管和一段玻璃棒连接,这样搅拌棒不易磨损或折断,如图 1-9 所示。

(2) 搅拌棒

搅拌所用的搅拌棒通常由玻璃棒制成,样式很多,常用的如图 1-10 所示。其中,图 1-10(1)和图 1-10(2)两种很容易用玻璃棒弯制。图 1-10(3)和图 1-10(4)较难制,其优点是可以伸入狭颈的瓶中,且搅拌效果较好。图 1-10(5)为筒形搅拌棒,适用于两相不混溶的体系,其优点是搅拌平稳,搅拌效果好。

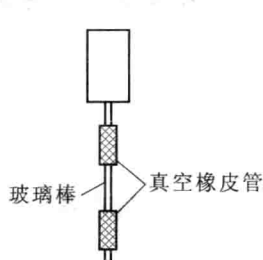


图 1-9 搅拌棒的连接

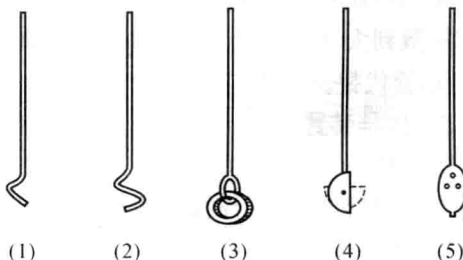


图 1-10 搅拌棒

1.3.2.6 常用玻璃仪器的洗涤和保养

(1) 玻璃仪器的洗涤

在进行实验时,为了避免杂质的混入,必须使用清洁的玻璃仪器,实验用过的玻璃仪器应立即洗涤。