

目 录

实验守则	1
------------	---

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、实验室的安全	3	五、实验药品的准备	22
(一) 实验时的一般注意事项	3	(一) 药品规格的选定	22
(二) 实验中事故的预防、处理和急救	3	(二) 常用有机试剂的纯化	23
二、有机化学实验常用仪器、用具和设备	6	六、实验预习、记录和实验报告	27
(一) 玻璃仪器	6	(一) 实验预习	27
(二) 金属用具	8	(二) 实验记录	27
(三) 主要仪器设备	8	(三) 实验报告	28
三、仪器的清洗和干燥	10	七、辞典和手册	30
(一) 仪器的清洗	10	(一) 化工辞典	30
(二) 仪器的干燥	10	(二) 理化手册	30
四、有机化学实验的一般装置	11	(三) 海氏辞典	31
(一) 一般装置的简介	11	(四) 试剂手册	31
(二) 仪器的选择	20	(五) Merck 索引	31
(三) 塞子的处理	21	(六) Aldrich 化学试剂目录	31
(四) 仪器的装配	22	(七) 英汉精细化学品辞典	32

第二部分 有机化学实验的基本操作

一、简单玻璃工	33	十、萃取	60
实验 1 简单玻璃工操作	36	十一、干燥	64
二、加热和冷却	37	十二、折光率的测定	69
三、蒸馏和沸点测定	39	十三、旋光度的测定	72
四、熔点测定及温度计校正	41	实验 4 外消旋苦杏仁酸的拆分	73
实验 2 熔点、沸点的测定	44	十四、无水无氧操作技术	75
五、重结晶及过滤	45	十五、色谱法	79
实验 3 重结晶和蒸馏	50	实验 5 柱色谱	87
六、简单分馏	52	实验 6 薄层色谱	88
七、水蒸气蒸馏	54	十六、核磁共振谱(NMR)与红外光谱(IR)	89
八、减压蒸馏	55		
九、升华	57		

第三部分 有机化合物性质实验

一、有机元素定性分析	101	实验 19 胺和酰胺的化学性质	131
实验 7 钠熔法鉴定氮、硫、卤素	102	九、脂类化合物	136
实验 8 氧瓶法鉴定氮、硫、氟、磷	104	实验 20 粗脂肪的提取	137
二、烃	106	实验 21 脂类化合物的化学性质	138
实验 9 烷烃的性质	107	十、糖类化合物	140
实验 10 乙烯的制备及性质	108	实验 22 糖的化学性质	140
实验 11 乙炔的制备及性质	109	实验 23 葡萄糖旋光性及变旋现象	145
实验 12 芳香烃的性质	110	十一、氨基酸及蛋白质	146
三、卤代烃	111	实验 24 氨基酸及蛋白质的化学性质	147
实验 13 卤代烃的取代反应	112	实验 25 蛋白质等电点的测定和两性反应	151
四、醇、酚、醚	113	实验 26 氨基酸的纸上层析	153
实验 14 醇和硫醇的化学性质	114	十二、萜类和甾体	153
实验 15 酚和醚的化学性质	116	实验 27 萜和甾体的化学性质	154
五、醛和酮	120	十三、杂环化合物	155
实验 16 醛、酮的化学性质	121	实验 28 杂环的化学性质	156
六、羧酸与取代羧酸	124	十四、生物碱	157
实验 17 羧酸与取代羧酸的化学性质	125	实验 29 生物碱的化学性质	157
七、羧酸衍生物	128	十五、制备衍生物	159
实验 18 羧酸衍生物的化学性质	129	实验 30 制备衍生物的实例	159
八、胺和酰胺	131		

第四部分 有机化合物合成实验

一、卤代烃的制备	163	八、芳香胺及其衍生物的制备	179
实验 31 正溴丁烷	164	实验 39 苯胺	180
二、醚的制备	165	实验 40 乙酰苯胺	182
实验 32 正丁醚	165	九、重氮化反应及其应用	183
三、醇的制备	166	实验 41 甲基橙	185
实验 33 2-甲基-2-己醇	167	十、坎尼查罗反应	186
四、酮的制备	169	实验 42 苯甲醇和苯甲酸	187
实验 34 苯乙酮	170	十一、克莱森酯缩合反应	188
五、羧酸的制备	171	实验 43 乙酰乙酸乙酯	189
实验 35 苯甲酸	172	十二、表面活性剂	190
六、羧酸酯的制备	173	实验 44 十二烷基硫酸钠的合成及应用	191
实验 36 乙酰水杨酸(阿斯匹林)	174	实例	191
实验 37 葡萄糖酯的制备(糖的酯化及异构化)	175	十三、相转移催化反应	192
七、芳香族硝基化合物的制备	177	实验 45 苦杏仁酸	192
实验 38 邻硝基苯酚和对硝基苯酚	178	十四、微型有机合成实验	193
		实验 46 4-溴乙酰苯胺	193

实验 47 环己酮	194	实验 49 蒽与顺丁烯二酸酐的加成	196
实验 48 葡萄糖酸钙	195		

第五部分 天然有机化合物的提取

实验 50 从茶叶中提取咖啡碱	197	附录三 元素相对原子质量及酸碱溶液相对 密度和质量分数	211
实验 51 从槐花米中提取芦丁	198	附录四 水的蒸气压力表(0~100℃)	216
实验 52 从黄连中提取黄连素	199	附录五 常用有机溶剂沸点、相对密度表	216
实验 53 从柑橘皮中提取果胶和橙皮苷	200	附录六 部分共沸混合物	217
实验 54 用蚕沙制取叶绿素铜钠盐	202	附录七 常见化学物质毒性和易燃性	218
附录一 核磁共振谱和红外光谱数据表	205	参考资料	221
附录二 试剂的配制	208		

实验守则

有机化学是一门实验性很强的学科,学习有机化学必须做好有机化学实验。为了保证实验的正常进行,养成良好的实验习惯和工作作风,要求学生必须遵守下列规则。

1. 实验前必须认真预习有关实验的全部内容,并做好预习笔记和安排。通过预习,明确实验目的和要求及实验的基本原理、步骤和有关的操作技术,熟悉实验所需的药品、仪器和装置,了解实验中的注意事项。

2. 做好一切准备工作后方可开始实验。

3. 必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不大声说笑,不擅离实验岗位,不乱拿乱放,不将公物带出实验室,借用公物应自觉归还,损坏东西要如实登记,出了问题必须及时报告。

4. 实验进行中,必须严格按操作规程进行操作。仔细观察,积极思考,及时准确、实事求是地做好实验记录。

5. 遵从教师和实验室工作人员的指导,若有疑难问题或发生意外事故必须立即报请教师及时解决和处理。

6. 应自始至终注意实验室的整洁。做到桌面、地面、水槽和仪器四净。

7. 公用仪器、药品和工具,应在指定地点使用,用后立即归还原处并保持其整洁。节约水、电、煤气和药品。严格控制药品的规格和用量。

8. 实验完毕,必须及时做好后处理工作(包括清洗仪器、处理废物、检查安全等),将记录(合成实验要上交产品)交教师审阅。待教师签字后方可离开实验室。

9. 每次实验后,必须尽快地、认真地写出实验报告。

10. 轮流值日,值日生负责整理公用仪器,打扫实验室卫生,清倒废物,并协助实验室工作人员检查和关好水、电、煤气及门窗。

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、实验室的安全

有机化学实验中,经常使用易燃溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮、苯和石油醚等;使用有毒药品,如氰化物、硝基苯和某些有机磷化合物等;易燃易爆气体或药品,如氢气、乙炔和干燥的苦味酸(2,4,6-三硝基苯酚)等;有腐蚀性的药品,如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、烧碱、溴和氯磺酸等。所有这些药品,如使用不当,就有可能发生着火、爆炸、烧伤或中毒等事故。同时,进行有机化学实验,一般所使用的仪器大都是玻璃制品,如不注意,容易发生破损,从而引起各种事故。此外,在使用煤气和电器设备时,如处理不当,也会发生各种事故。因此,进行有机化学实验时,必须注意安全。

各种事故的发生往往是由于不熟悉仪器、药品的性能,未按操作规程进行实验或思想麻痹大意所引起的。只要实验前充分预习,实验中认真操作,加强安全措施,事故是可以避免的。为了防止事故和发生事故后做好及时处理,学生应了解实验室安全知识,并切实遵守。

(一) 实验时的一般注意事项

1. 实验开始前,应按要求认真地进行实验预习,安排好实验,仔细检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。

2. 实验中必须做到熟悉药品和仪器的性能及装配要点。弄清实验室内水、电、煤气的管线开关和各种钢瓶的标记,切忌弄错,绝对禁止违章操作。

3. 实验进行时,要仔细观察,认真思考,如实记录实验情况,经常注意仪器有无漏气、碎裂和进行反应是否正常等。

4. 凡可能发生危险的实验,应采取必要的防护措施,如使用防护眼镜、面罩、手套等。

5. 实验进行中,各种药品不得散失或丢弃,反应中所产生的有害气体必须按规定进行处理,以免污染环境。

6. 严禁在实验室内吸烟、饮食。

7. 正确地使用玻璃管、棒和温度计。

8. 熟练使用各种安全用具及有关材料。

(二) 实验中事故的预防、处理和急救

1. 割伤 造成割伤者,一般有下列几种情况:

(1) 装配仪器时用力过猛或装配不当;

(2) 装配仪器用力处远离连接部位,如图 1.1 中(b),(d);

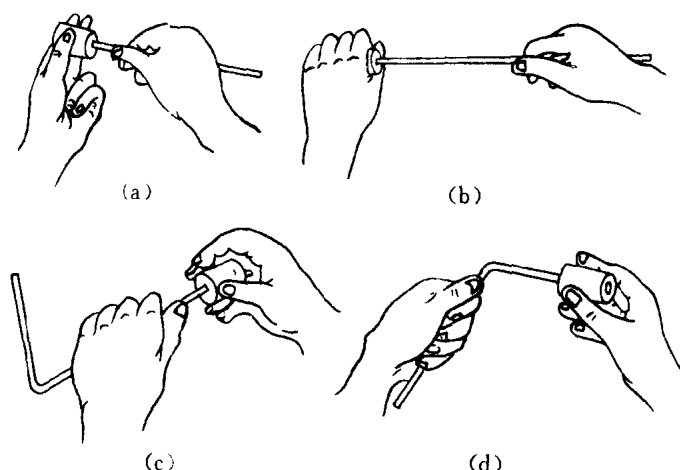


图 1.1 玻璃管的插入

- (3) 仪器口径不合而勉强连接；
- (4) 玻璃折断面未烧圆滑，有棱角。

预防玻璃割伤，要注意以下几点：

- (1) 玻璃管(棒)切割后，断面应在火上烧熔以消除棱角；
- (2) 注意仪器的配套；
- (3) 正确使用操作技术。

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，则应用力按住主血管，防止大出血，及时送医院治疗。

2. 着火 预防着火要注意以下几点：

(1) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物，加热时，应根据实验要求及易燃物的特点选择热源，注意远离明火。

(2) 尽量防止或减少易燃物的气体外逸，倾倒时要灭火源，且注意室内通风，及时排出室内的有机物蒸气。

(3) 易燃及易挥发物，不得倒入废液缸内。量大的要专门回收处理；量少的可倒入水槽用水冲走(与水有猛烈反应者除外，金属钠残渣要用乙醇销毁)。

(4) 实验室不准存放大量易燃物。

(5) 防止煤气管、阀漏气。

实验室如果发生了着火事故，应沉着镇静及时地采取措施，控制事故的扩大。首先，立即熄灭附近所有火源，切断电源，移开未着火的易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势设法扑灭。

常用的灭火剂有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火剂等。干砂和石棉布也是实验室经济、常用的灭火材料。

二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器。灭火器内贮放压缩的二氧化碳。使用时，一手提灭火器，一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒！以免冻伤)打开开关，二氧化碳即可喷出。这种灭火器灭火后的危害小，特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪

器着火时灭火。

四氯化碳和泡沫灭火器,虽然也都具有比较好的灭火性能,但由于存在一些问题,如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,泡沫灭火器喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝,污染严重,给后处理带来麻烦,因此,除不得已时最好不用这两种灭火器。

不管用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心扑灭。

水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物都比水轻,泼水后,火不但不熄,反而漂浮在水面燃烧,火随水流促其蔓延。

地面或桌面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布来灭火;反应瓶内有机物的着火,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭;身上着火时,切勿在实验室内乱跑,应就近卧倒,用石棉布等把着火部位包起来,或在地上滚动以灭火焰。

3. 爆炸 实验时,仪器堵塞或装配不当;减压蒸馏使用不耐压的仪器;违章使用易爆物;反应过于猛烈,难以控制都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故,应注意以下几点。

(1) 常压操作时,切勿在封闭系统内进行加热或反应,在反应进行时,必须经常检查仪器装置各部分有无堵塞现象。

(2) 减压蒸馏时,不得使用机械强度不大的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等)。必要时,要戴上防护面罩或防护眼镜。

(3) 使用易燃易爆物(如氢气、乙炔和过氧化物)或遇水易燃烧爆炸的物质(如钠、钾等)时,应特别小心,严格按操作规程办事。

(4) 反应过于猛烈,要根据不同情况采取冷冻和控制加料速度等。

(5) 必要时可设置防爆屏。

4. 中毒 化学药品大多具有不同程度的毒性,产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。在实验中,要防止中毒,切实做到以下几点。

(1) 药品不要沾在皮肤上,尤其是极毒的药品。实验完毕后应立即洗手。称量任何药品都应使用工具,不得用手直接接触。

(2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行,并戴上防护用品,尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内。

(3) 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破坏或消除其毒性。

一般药品溅到手上,通常是用水和乙醇洗去。实验时若有中毒特征,应到空气新鲜的地方休息,最好平卧,出现其他较严重的症状,如斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大时应及时送往医院。

5. 灼伤 皮肤接触了高温,如热的物体、火焰、蒸气,低温,如固体二氧化碳、液体氮和腐蚀性物质,如强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此,实验时,要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性化学药品时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。

实验中发生灼伤,要根据不同的灼伤情况分别采取不同的处理方法。

被酸或碱灼伤时,应立即用大量水冲洗。酸灼伤用1%碳酸钠溶液冲洗;碱灼伤则用1%硼酸溶液冲洗。最后再用水冲洗。严重者要消毒灼伤面,并涂上软膏,送医院就医。

被溴灼伤时,应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后用甘油加以按摩。

如被灼热的玻璃烫伤,应在患处涂以正红花油,然后擦一些烫伤软膏。

除金属钠外的任何药品溅入眼内,都要立即用大量水冲洗。冲洗后,如果眼睛仍未恢复正常,应马上送医院就医。

6. 实验室常用的急救药品

(1) 医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤膏、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%)、硫代硫酸钠溶液(2%)等。

(2) 医用镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等。

二、有机化学实验常用仪器、用具和设备

熟悉实验时需要用到的仪器、用具和设备是对实验者的起码要求。现将有机化学实验中比较常见的玻璃仪器、金属用具和其他一些主要仪器设备分别介绍如下。

(一) 玻璃仪器

化学玻璃仪器一般都是由钾或钠玻璃制成。使用时要注意以下几点。

1. 使用玻璃仪器时要轻拿轻放。
2. 加热玻璃仪器时至少要垫石棉网(试管加热有时可例外)。
3. 厚壁玻璃器皿不耐热(如抽滤瓶)不能用来加热;锥形瓶不能做减压用;广口容器不能贮放有机溶剂(如烧杯);计量容器不能高温烘烤(如量筒)。
4. 使用玻璃仪器后要及时清洗、干燥(不急用的,一般以晾干为好)。
5. 具旋塞的玻璃器皿清洗后,在旋塞与磨口之间应放纸片,以防粘结。
6. 不能用温度计做搅拌棒,温度计用后应缓慢冷却,特别是用有机液体做膨胀液的温度计,由于膨胀液粘度较大,冷却快了液柱断线;不能用冷水冲洗热温度计,以免炸裂。

常见的普通玻璃仪器如图 1.2 所示。

标准磨口的玻璃仪器(图 1.3)在有机化学实验中也常用到。

由于玻璃仪器容量及用途不一,因此,标准磨口仪器有不同的编号,通常标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 等。这些编号是指磨口最大端直径数值(单位为 mm)。相同编号的内外磨口可以紧密连接。磨口仪器也有用两个数字表示磨口大小的,如 14/30 则表示该磨口仪器最大直径为 14 mm,磨口长度为 30 mm。有时两种玻璃仪器因磨口编号不同,无法直接连接,则可借助于不同编号的磨口接头使之连接。

使用标准磨口仪器时应注意下列事项。

1. 磨口必须洁净,不得沾有固体物质,否则会使磨口对接不紧密,甚至损坏磨口。
2. 用后应立即拆卸洗净,否则,放置太久磨口的连接处会粘结,很难拆开。
3. 一般使用时,磨口无需涂润滑剂,以免沾污反应物或产物,若反应物中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而粘结,无法拆开。对于减压蒸馏,所有磨口应涂润滑剂以达到密封的效果。
4. 安装磨口仪器时,应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则仪器易破裂。
5. 洗涤磨口时,应避免用去污粉擦洗,以免损坏磨口。

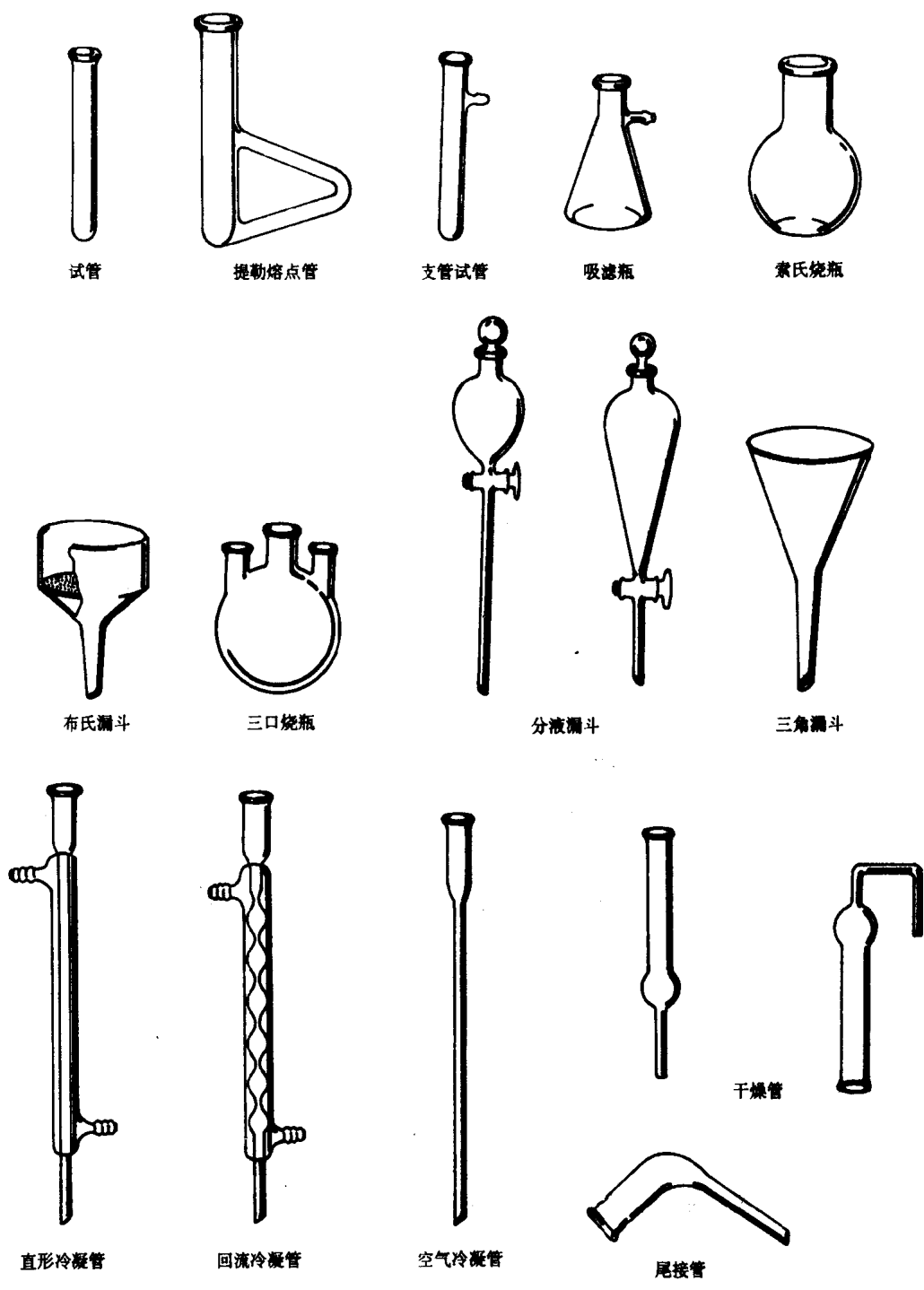


图 1.2 普通玻璃仪器

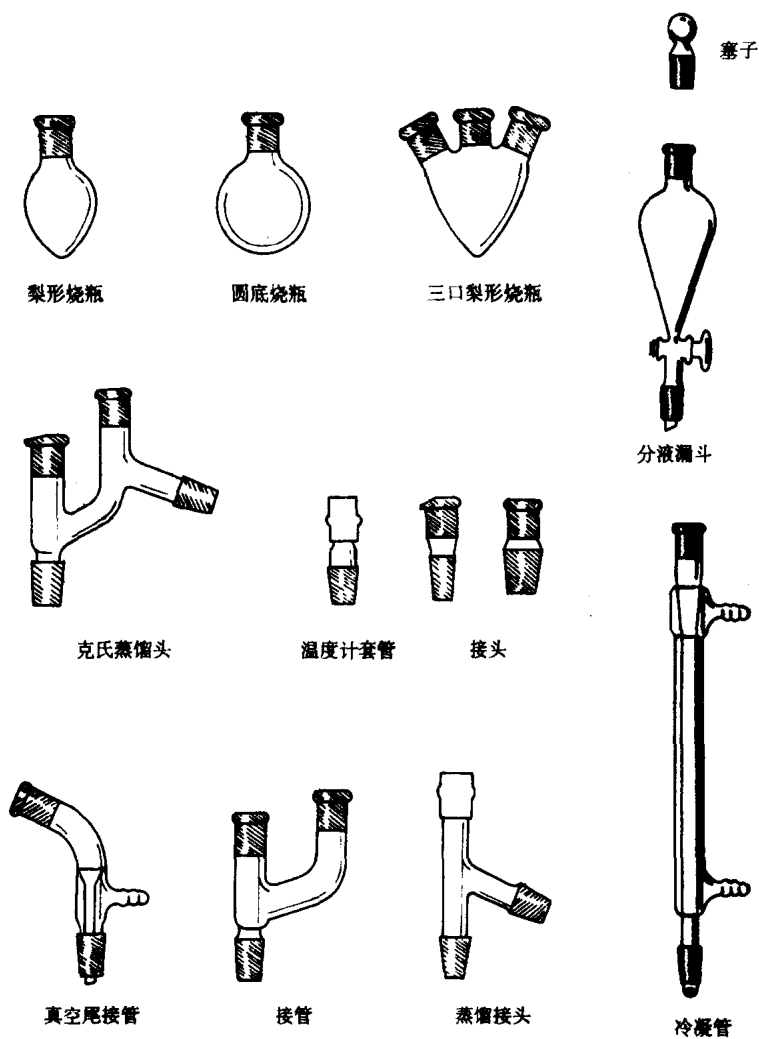


图 1.3 常用的标准磨口仪器

(二) 金属用具

金属用具具有台支架、铁夹、十字夹、铁圈、三脚架、水浴锅、热水漏斗、镊子、剪刀、三角锉、圆锉、打孔器、水蒸气发生器、煤气灯、鱼尾灯头、不锈钢刮刀等等。使用时不要乱拿乱放，注意防止锈蚀。

(三) 主要仪器设备

1. 烘箱 实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱。主要是用来干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性比较好的药品。使用时应注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器应先沥干再放入烘箱，温度一般控制在 $100\sim 110^{\circ}\text{C}$ 。而且干湿仪器分开。

2. 电动搅拌器 电动搅拌器在有机化学实验中用得比较多，一般适用于非均相反应。使用

时应注意接上地线,不能超负荷。轴承每学期加一次润滑油,经常保持电动搅拌器的清洁干燥,还要防潮、防腐蚀。

3. 磁力搅拌器 它是通过磁场的不断旋转变换来带动容器内磁转子随之旋转,从而达到搅拌的目的。一般都有控制转速和加热装置。反应物料较少,加热温度不高的情况下使用磁力搅拌器尤为合适。

4. 电加热套(或叫电热帽) 是用玻璃纤维包裹着电热丝来织成帽状的一种加热器(见图 1.4)。加热和蒸馏易燃有机物时,由于它不是明火,因而具有不易引起着火的优点,热效率也高。加热温度用调压变压器控制,最高加热温度可达 400℃ 左右,是有机实验中一种简便、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。电热套主要用做回流加热的热源。

5. 旋转蒸发器 是由电机带动可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)、冷凝器和接收器组成(见图 1.5)。可以在常压或减压下操作,可一次进料,也可分批吸入蒸发料液。由于蒸发器的不断旋转,可免加沸石而不会暴沸。蒸发器旋转时,会使料液附于瓶壁形成薄膜,蒸发面大大增加,加快了蒸发速率。因此,旋转蒸发器是浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。

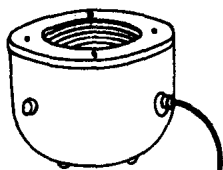


图 1.4 电热套

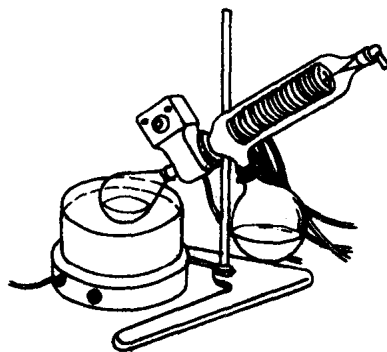


图 1.5 旋转蒸发器

4. 调压变压器 主要是通过调节电压来调节电炉的加热温度或电动搅拌器的转动速度等。使用调压变压器时要注意:

- (1) 安全用电,接好地线;
- (2) 输入端与输出端不能接错;
- (3) 不允许超负荷使用;
- (4) 调节时要缓慢均匀,注意及时更换炭刷;
- (5) 用完后,旋钮回零断电,放在干燥通风处,保持清洁,防止腐蚀。

5. 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、低合金钢和玻璃钢(即玻璃增强塑料)等,使用钢瓶时要注意以下问题。

- (1) 禁止钢瓶混用。几种钢瓶的标色见表 1.1。
- (2) 注意存放安全,应放在阴凉、干燥、远离热源的地方,避免日光照晒。玻璃钢瓶应防止水浸及与强酸、强碱接触。实验室中要尽量少放钢瓶。
- (3) 搬运钢瓶要上瓶帽,轻拿轻放,保护好钢瓶。
- (4) 使用钢瓶时,一要放稳,二要装上减压表。瓶中气不可用完,须留 0.5%。

表 1.1 气体钢瓶的标色

气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色	气体类别	瓶身颜色	横条颜色	标字颜色
氮	黑	棕	黄	氯	草绿	白	白
空气	黑		白	氨	黄		黑
二氧化碳	黑		黄	其他可燃气体	红		白
氧	天蓝		黑	其他不可燃气体	黑		黄
氢	深绿	红	红				

(5) 使用可燃气体时一定要装有防止回火装置。

(6) 钢瓶应定期检查,一般是三年一次,玻璃钢瓶是每年一次。

三、仪器的清洗和干燥

(一) 仪器的清洗

在进行实验时,应养成仪器用毕立即洗净的习惯,清洁的玻璃仪器,可以避免杂质对反应的影响,污物沾留久了,会增加洗涤困难。

洗涤仪器的最简易方法是用毛刷和洗衣粉擦洗,再用清水冲干净。仪器倒置,器壁不挂水珠,即已洗净,可供一般实验用。

有些有机反应残留物为胶状或焦油状,用洗衣粉很难洗净,这时可根据具体情况采用规格较低或回收的有机溶剂(如乙醇、丙酮、苯和乙醚等)浸泡,或用稀氢氧化钠溶液、浓硝酸煮沸除去。但不能盲目使用化学试剂和有机溶剂来洗涤仪器,以免造成浪费或危险。

实验室里有时也用铬酸洗液洗涤仪器,铬酸洗液呈红棕色,经长期使用变成绿色时,即告失效。在使用铬酸洗液前,应把仪器上的污物,特别是还原性物质尽量洗净。一般少用洗液,因为有机物多具还原性易使洗液失效。使用洗液时要注意安全。

(二) 仪器的干燥

进行有机化学实验的玻璃仪器除要洗净外,常常还应干燥,简单的干燥仪器的方法有以下几种:

1. 晾干 将洗净的仪器倒立放置,让其在空气中自然晾干,即可供大多数有机化学实验用;
2. 在烘箱中烘干;
3. 用热空气吹干;

4. 使用有机溶剂干燥 将洗净的仪器用少量丙酮荡洗几次,最后用电吹风先后用冷—热—冷风吹干即可使用。

四、有机化学实验的一般装置

(一) 一般装置的简介

有机化学实验的装置很多,仅就在实验中基本的常用的熔点和沸点(微量法)测定、回流、气体吸收、搅拌、蒸馏、简单分馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏等装置做简单的介绍,以便预习时参考。

1. 熔点测定装置 熔点测定装置的设计主要考虑的是受热均匀。这里介绍几种实验室常用的装置,见图 1.6 所示。

图 1.6(3)是提勒(Thiele)管式。管中加入热载体,室温下液面在上叉口的上限处。管口装有开口软木塞,温度计插入其中,刻度面向木塞开口处,其水银球位于管上下两叉口之间。将装好试样的熔点管,借少许加热液粘附于温度计下端,使试样部分置于水银球侧面中间[见图 1.6(1)]。在图 1.6(3)中所示的部位加热,热载体受热作沿管上升运动,从而促使整个管内液体呈对流循环,温度较为均匀。

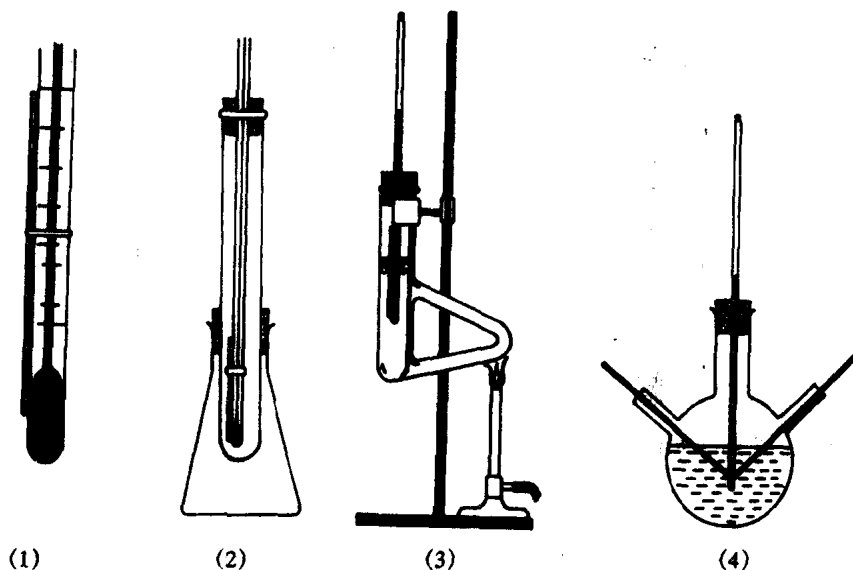


图 1.6 测熔点的装置

双浴式[图 1.6(2)]是将试管经开口软木塞插入 250 mL 平底烧瓶内,离瓶底约 1cm 处,试管口也配一开口软木塞,插入温度计,其水银球下端应距试管底约 0.5 cm,瓶内装入约占烧瓶三分之二体积的热载体,试管中也放入热载体,在插入温度计后,其液面高度与瓶内相同,熔点管粘附于温度计上与上法相同。同时用两根毛细管测熔点的装置见图 1.6(4)。其他操作均同上法。

热载体多用液体石蜡(分解点是 220°C)或浓硫酸。前者使用较安全,但易变黄,一般在

170℃以下使用。后者价格便宜,但腐蚀性强,使用时要小心,温度可达 230℃。如果熔点在 250℃以上者可用硫酸和硫酸钾混合物作为热载体。硫酸:硫酸钾 = 7:3(质量比),可加热到 325℃;若以 3:2,则可加热到 365℃。当有机物或其他杂质触及硫酸,使硫酸变黑,有碍观察,可加入少量硝酸钾晶体,加热后即可脱色。此外,也有用磷酸作为热载体的,可加热到 300℃,硅油(有机硅聚合物)温度可达 350℃,但价格贵,实验室较少使用。

2. 沸点(微量法)测定装置 沸点测定装置无论是主要仪器的装配还是热载体的选择都与熔点测定装置相同。所不同的是测熔点用的毛细管被沸点管所取代。沸点管有内外两管。内管是 4 cm 长,一端封闭、内径为 1 mm 的毛细管;外管是长 7~8 cm,一端封闭、内径为 4~5 mm 的小玻璃管。沸点管的制作见第二部分一、(三)。如图 1.7 所示,外管封闭端在下,用橡皮筋把沸点管系在温度计旁。沸点管和温度计两底相平,橡皮筋要系在热载体液面合适位置上(要考虑到载体受热膨胀)。被测液体(2,3 滴)放在沸点管里后,将内管开口向下插入被测液体内。然后像测熔点装置一样装入提勒管。



图 1.7 沸点(微量法)测定装置

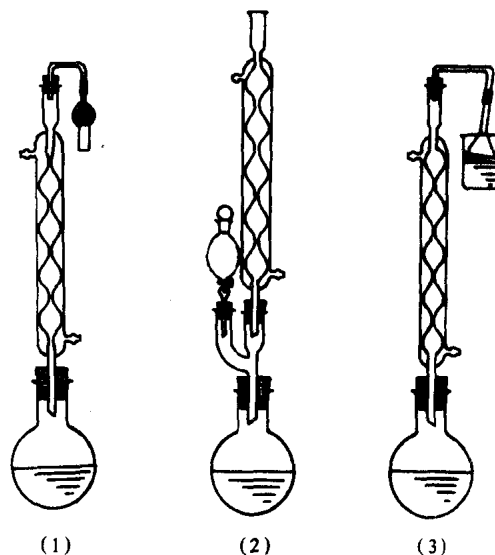


图 1.8 回流装置

3. 回流装置 在有机化学实验中,有些反应和重结晶样品的溶解往往需要煮沸一段时间。为了不使反应物或溶剂的蒸气逸出,常在烧瓶口垂直装上冷凝管,冷却水自下而上流动。这就是一般回流装置,如图 1.8 所示。图 1.8(1)是可以防潮的回流装置,若不需防潮就去掉冷凝管顶端的干燥管。图 1.8(2)是回流的同时滴加液体的装置。图 1.8(3)是用于吸收尾气的回流装置。回流加热前不要忘记加沸石。根据瓶内液体的特性和沸点适当选用水浴、油浴、石棉网等加热方式。回流时,蒸气上升应控制在不超过第二个球为宜。

4. 气体吸收装置 图 1.9 为气体吸收装置。在这些装置中都是采用水吸收的办法,因此,被吸收的有刺激性气体必须具有水溶性(如氯化氢、二氧化硫等)。对于酸性物质,有的需用稀碱液吸收。图 1.9 中的(1),(2)只能用来吸收少量气体。(1)中的三角漏斗口要留点在外面。留大

了,气体逸出;不留,体系闭合,一旦反应瓶冷却,水就会倒吸。如果气体排出量较大或速度快时,可用图 1.9 中的(3)。

5. 搅拌装置 有些反应是在均相溶液中进行,一般不用搅拌。但是,很多反应是在非均相溶液中进行,或反应物之一是逐渐滴加的,这种情况需要搅拌。通过搅拌,使反应物各部分受热均匀,增加反应物之间的接触机会,从而使反应顺利地进行,达到缩短反应时间提高产率的目的。图 1.10 是两个常用的搅拌装置。其中(1)是可以同时进行搅拌、回流和滴加液体的装置。(2)是加了一个测量反应温度的装置。

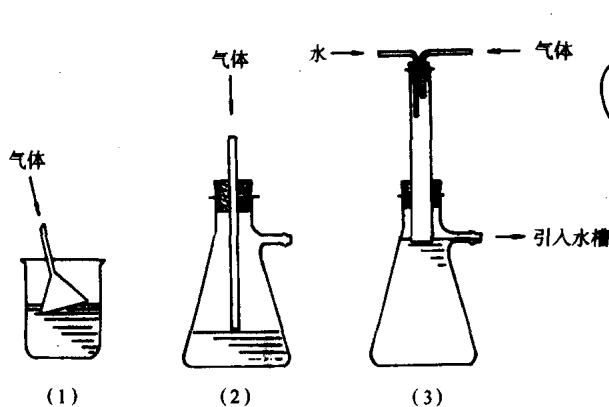


图 1.9 气体吸收装置

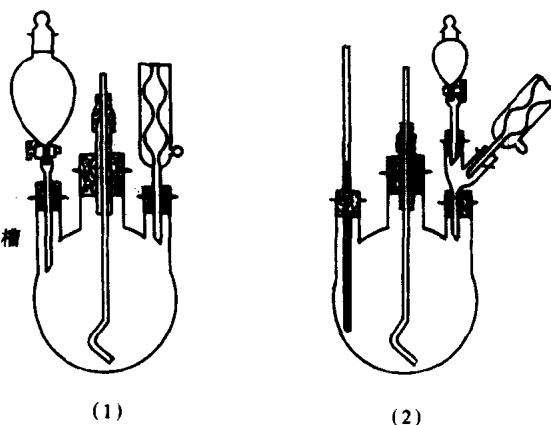


图 1.10 搅拌装置

图 1.11 中的搅拌器采用简易密闭装置。制作简易密封装置的方法:在三颈瓶的中口配置塞子,在塞子中央垂直打孔,插入一根长度是塞子的 2 倍,内径比搅拌棒略粗的玻璃管。取一段弹性较好长约 2cm,内径与搅拌棒接触紧密的橡皮管套在玻璃管上端。然后插入制好的搅拌棒。在搅拌棒和橡皮管之间滴入少量甘油起润滑和密封作用。搅拌棒上端与搅拌器相接,下端接近瓶底,但离瓶底要有一定的距离(尽可能低,以不碰瓶底为好)。装好后,先从不同方向观察搅拌棒和搅拌器轴是否在一条垂直线上,边观察边调整,然后低速开动搅拌器继续调整,直到转动时,搅拌棒一不碰瓶底,二不碰塞中的玻璃管为好。

实验室还经常使用一种由聚四氟乙烯制成的搅拌密封塞,由上面的螺旋盖、中间的硅橡胶密封垫圈和下面的标准口塞三部分组成。使用时只需选用适当直径的搅拌棒插入标准口塞与垫圈中,在垫圈与搅拌棒接触处涂少许润滑剂,旋上螺口至松紧合适,并把标准口塞塞在烧瓶上,搅拌起来非常方便。

图 1.12 是几种常见的搅拌棒。一般都是由玻璃制成。(1),(2)比较容易制作,(3),(4)是可以伸入狭颈的瓶中,且搅拌效果较好,但比较难做。

6. 蒸馏装置 蒸馏装置主要由汽化、冷凝(冷却水自下而上)和接收三大部分组成。主要仪器有:蒸馏烧瓶、温度计、直形冷凝管或空气冷凝管、接收瓶等。温度计插入瓶颈的中央,水银球上限应与蒸馏烧瓶支管的下限同水平线[如图 1.13(1),(3)所示]。

图 1.13 中一共有五种蒸馏装置。根据不同要求予以选用。(1)是最常用的蒸馏装置,但不能用于易挥发低沸点液体的蒸馏;(2)是防潮的蒸馏装置;(3)是用于蒸馏沸点在 140℃ 以上的液

体;(4)是边反应边蒸馏;(5)是连续蒸馏。(1)到(5)中的接收部分虽然不一样,可以根据具体要求而互相调换。其中(2)和(5)的接收部分可用于接收易挥发的低沸点易燃溶剂。

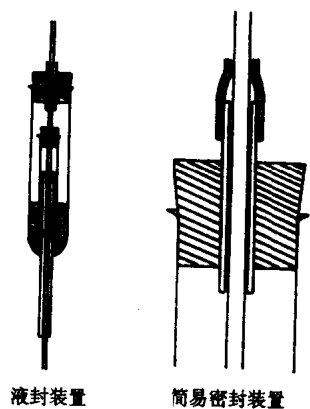


图 1.11 简易密封装置

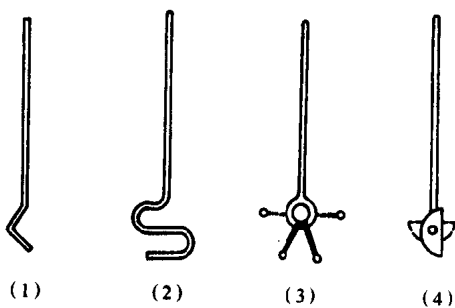
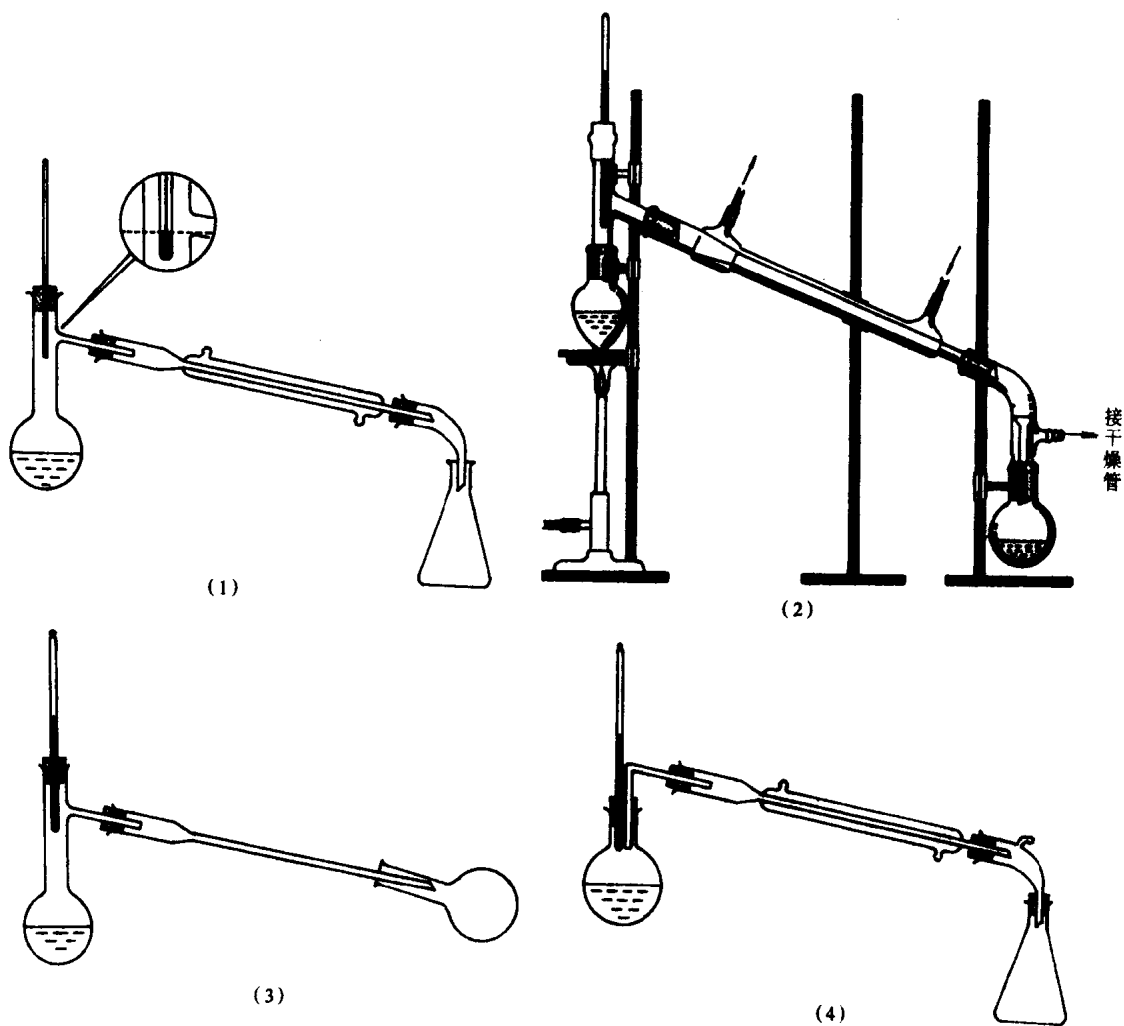


图 1.12 搅拌棒



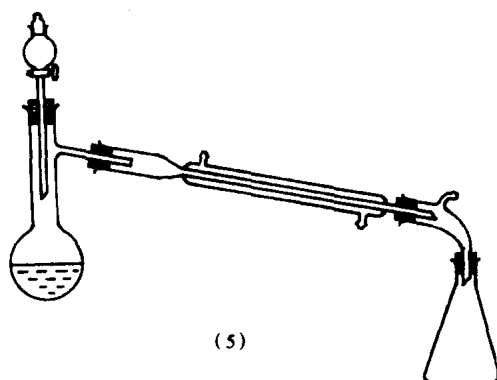


图 1.13 蒸馏装置

7. 简单分馏装置 分馏装置与蒸馏装置所不同的地方,前者多一个分馏柱。由于分馏柱构造上的差异,使分馏装置有简单与精密之分。在简单分馏装置中,分馏柱有很多种形状。图1.14是实验常用的几种分馏柱。

图 1.14(1)是韦氏(Vigreux)分馏柱,有很多成犬牙交错凹形的玻璃管。分馏柱的高度有10~60 cm 各种规格,视需要而定。其优点是装配简单,易于操作,蒸馏过程中留在分馏柱中的液体少。其缺点是分馏效率较低。

图 1.14(2)是装有填料的管式分馏柱,管直径为1.5~3.5 cm 之间,管长(指装填料部分)30~60 cm,可根据液体的特性、量的大小和分离要求来选用不同规格的分馏柱。决定分馏效率的一个重要因素是填料的种类。常用的有:6 mm×6 mm 的玻璃管、5 mm×5 mm(或6 mm×6 mm)的金属小螺旋圈和玻璃小耳环等。后两种填料效果较好。

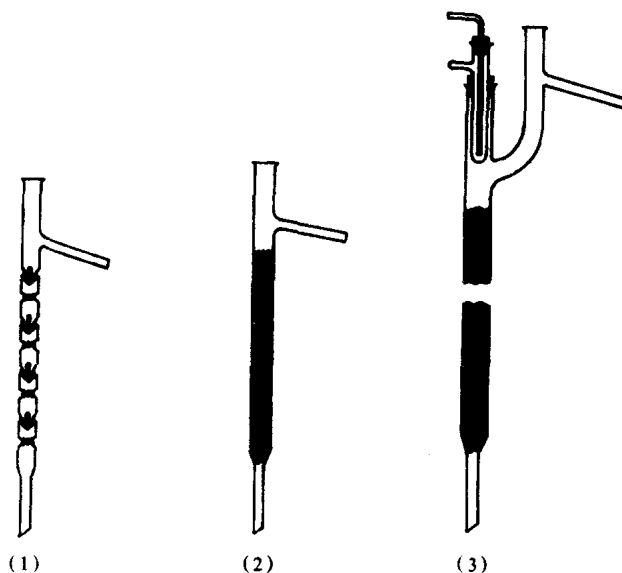


图 1.14 几种分馏柱