

复旦大学规划教材

药用化学实验教程

(药学专业高职、大专班用)

朱佳玲 摇何毓嘉 编 著
余吕敏 摇陆摇愚

上海科学技术出版社

内 容 提 要

摇摇本教程是一本供高等职业专科学校药学专业学生使用的实验用书。考虑到本教程的实用性和广泛性,同时照顾到不同层次的药学专业实验教学特点,使学生在较短时间内掌握有机化学实验的基本操作,并在药物化学和天然药物化学实验中将这些基本操作技能综合应用并拓展,因此,将有机化学、药物化学和天然药物化学三门课程的相关实验内容有机地结合起来编写成本书,并已经多年的实验教学验证。本书包括了有机化学实验的一般知识、基本操作、基础有机化学合成实验、有机化合物的性质实验,以及药物化学实验和天然药物化学成分的提取、分离和鉴定实验。所有的教学实验都可操作完成,且具有易操作、现象明显、结果明确的特点,有深有浅,可根据学校情况和教学目标的选择不同的实验。本教程还可作为中专、大专、夜大和本科同类专业的实验教材。

前 言

摇摇高职药学教育拓宽了培养药学专业技术人材途径,近年来有很大的发展,与本科药学教育相比,高等职业药学教育学制稍短,实验课时数较少。因此,如何在较短的时间内,让学生掌握有机化学实验的基本操作技能,并在药物化学和天然药物化学实验中将这些基本操作技能综合应用和拓展,需要一本合适的教材将三门相关课程的实验内容有机地结合起来,从而加强了从基础到专业实验课的内在联系,避免一些内容脱节和不必要的重复,使内容由浅入深,循序渐进。

摇摇编者将有机化学、药物化学和天然药物化学实验三门在基本技能和基本原理方面内在联系十分紧密的课程进行仔细及深入地分析研究,并从实验出发,将它们组成一门药用化学综合实验课程。这样,既能使学生掌握一些基本操作技能,又能把实验技能、技巧融会贯通,使学生的实验动手能力、分析问题和解决问题能力得到进一步提高。同时也为教师和实验技术人员“一专多能”,拓宽知识面创造了条件。

摇摇我们还准备在教材内容的基础上,制作配套多媒体课件,使实验教学更直观、形象、生动。

摇摇要学好本实验教程,成为一个优秀的药学实验专门技术人才,一定要经过不同阶段的实验培训。编者认为大致应该经过基础培训、熟练实验和提高三个阶段的培训。

摇摇第一阶段:首先要正确认识和使用各种仪器,了解各种化学反应仪器的功能、规格和性能。在使用这些仪器时,特别要考虑到实验要求,反应规模的大小,以及反应条件(温度、压力等)的特点,还需要熟练地掌握所有的基本操作技术(加热、冷却、干燥、搅拌、各种蒸馏、过滤、萃取、色谱、分析鉴别技术等)。当然这些操作技术培训通常在具体的实验中进行的,并得到提高。在本教程第二章就是为培养这些技能而编写的。

摇摇第二阶段:通过进行具体的一些有机反应实验、药物化学合成实验以及天然化合物的提取分离实验技术,使学生逐渐达到基本具有按照讲义(或文献)独立完成全部实验的能力。由于有机化学的反应类型是多种多样的,所以必须通过大量的、反复的实验培训,才能熟练掌握操作技巧。这里需要理解药物化学合成实验与有机化学实验之间关系。一个药物的制备往往需要若干次有机化学反应方能得到最终产品。其中每一单个的有机反应,被称为单元反应,把所有的单元反应按一定合理顺序排列在一起,称为药物合成路线。显然药物的合成有连续性,其收率有递减性,就此增加了合成的难度。

摇摇第三阶段:在长期教学实践中,编者发现许多学生虽然能做完实验,但实际上并没有搞懂实验讲义(文献)内容。为此我们编选一篇磷酸氯喹的生产工艺分析。在这部分中,大量的分析可以帮助学生理解。从而训练学生的实验技术达到一个高的水平。编者相信,如果能够仔细阅读、琢磨这部分,如果有条件,能亲自动手完成全过程的磷酸氯喹的合成,一定受益匪浅。编者认为一个高素质的实验技术人员除了要掌握高超的实验技巧外,还需要具

有一定查阅文献的本领。由此编选了有关有机化学的杂志、工具书、文献的介绍。希望学生初步掌握查文献的能力。

摇摇本教程在编写过程中,考虑到其使用的广泛性,也考虑到不同层次的药学专业实验教学的特点,所以选材也照顾了各层次的特点。

摇摇本教程在编写过程中,选编的所有实验都是可操作完成的。经过多年实验教学验证,具有易操作、现象明显、结果明确,对学生有启发性。本教材选材广泛,有浅有深,这是考虑到不同层次的实验教学特点。所以除了作为高等职业专科学校药学专业的实验用书外,还可以作为中专、大专、夜大、本科相同专业的实验教材。不同层次的教学可以分别选择不同实验内容进行教学,而基础训练部分则都是共有和必要的。

编 者

圆园园年 怨月

目 录

第一章摇有机化学实验的一般知识.....	员
摇摇一、实验守则.....	员
摇摇二、有机化学实验室的安全知识.....	员
摇摇三、有机化学实验常用仪器和设备.....	源
摇摇四、有机化学实验中仪器的装配和常用仪器装置.....	苑
摇摇五、实验药品的准备.....	愿
摇摇六、实验的预习、记录和实验报告.....	员猿
第二章摇有机化学实验基本操作	员远
摇摇实验一摇简单玻璃工的操作	员远
摇摇实验二摇加热、制冷和干燥技术.....	员愿
摇摇实验三摇蒸馏及沸点测定	圆圆
摇摇实验四摇熔点测定及温度计校正	圆源
摇摇实验五摇重结晶及过滤技术	圆五
摇摇实验六摇萃取和液体的干燥	圆怨
摇摇实验七摇折光率的测定	猿
摇摇实验八摇旋光度的测定	猿猿
第三章摇基础有机化学合成实验	猿缘
摇摇实验一摇乙酸乙酯的制备	猿缘
摇摇实验二摇阿司匹林 (乙酰水杨酸) 的制备	猿远
摇摇实验三摇对氨基苯磺酸的制备	猿苑
摇摇实验四摇环己酮肟的制备	猿愿
摇摇实验五摇呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	猿愿
摇摇实验六摇 β 原五乙酸葡萄糖酯的制备	猿怨
摇摇实验七摇对硝基苯甲酸的制备	源圆
摇摇实验八摇肉桂酸的制备	源
第四章摇有机化合物的性质实验	源猿
摇摇一、有机化合物的元素定性分析	源猿
摇摇二、烃的性质	源缘
摇摇三、卤烃的性质	源远
摇摇四、醇的性质	源苑
摇摇五、酚的性质	源怨
摇摇六、醛酮的性质	缘

摇摇七、羧酸及羧酸衍生物的性质	缘猿
摇摇八、胺的性质	缘猿
摇摇九、糖的性质	缘苑
摇摇十、氨基酸和蛋白质的性质	远园
第五章摇药物化学实验	远园
摇摇实验一摇水溶性维生素 运 ₁₂ 的制备	远园
摇摇实验二摇贝诺酯 (扑炎痛) 的制备	远源
摇摇实验三摇苯佐卡因的制备	远远
摇摇实验四摇对氨基水杨酸钠的制备	远愿
摇摇实验五摇对乙酰氨基酚的制备	远怨
摇摇实验六摇愈创木酚甘油醚的制备	远怨
摇摇实验七摇猿源缘京三甲氧基苄氨嘧啶 (精孕) 的制备	苑园
摇摇实验八摇四咪唑的制备	苑猿
摇摇实验九摇磷酸氯喹的生产工艺原理的分析和研究	苑远
第六章摇天然药物化学成分的提取、分离和鉴定	怨愿
摇摇实验一摇从茶叶中提取咖啡因	怨愿
摇摇实验二摇从槐花米中提取芦丁	怨怨
摇摇实验三摇汉防己生物碱的提取和鉴定	员员员
摇摇实验四摇大黄中羟基蒽醌的提取、分离和鉴定	员员源
摇摇实验五摇黄芩苷的提制和鉴定	员员苑
摇摇实验六摇从黄连中提取黄连素	员员怨
摇摇实验七摇从柑橘皮中提取果胶和橙皮苷	员员园
摇摇实验八摇穿心莲二萜内酯成分的提取和鉴定	员员园
摇摇实验九摇天然药物化学成分的鉴别实验	员员源
摇摇实验十摇天然药物化学成分的预试	员员怨
附录	员员园
摇摇一、常用溶剂的物理常数	员员园
摇摇二、常用溶剂的纯化、干燥和贮藏	员员源
摇摇三、常用的冰盐浴冷却剂	员员苑
摇摇四、常用干燥剂的分类和使用方法	员员愿
摇摇五、有机化学参考工具书及文献的查阅	员员园

第一章 有机化学实验的一般知识

有机化学是一门实验性很强的学科,尽管现代科学技术突飞猛进,使有机化学从经验科学走向理论科学,但它仍是以实验为基础的科学,因此学习这门课程必须做好有机化学实验。为了保证实验的正常进行和养成良好的实验习惯和工作作风,要求学生严格遵守实验守则和确保实验室的安全。

一、实验守则

实验前必须认真预习有关实验内容,并做好预习摘记,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、试剂和仪器装置。

进入实验室后,应熟悉实验室及其周围的环境,熟悉灭火器材和水、电、煤气管道和开关,严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。

遵守实验室的纪律和各项规章制度,实验过程中不大声说笑,不擅离实验岗位。

严格按照操作规程进行操作,仔细观察,积极思考,及时准确,实事求是地做好实验记录。

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。

爱护公用仪器和药品等,在指定地点使用,用后立即归还原处,节约水、电、煤气和试剂药品。

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处理。

实验完毕后,清洗仪器,处理废物,检查安全,做好值日生工作。

每次实验后,尽快认真地写出实验报告。

二、有机化学实验室的安全知识

由于有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性,甚至有些化学品会引起爆炸,而所使用的仪器,大部分为玻璃制品,若使用不当或违章操作,会发生着火、烧伤、中毒、爆炸等事故。加之实验中频繁使用水、电、煤气等,存在着发生事故的隐患,因此在进行有机化学实验时,必须严格注意安全。

(一)实验室的安全守则

实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确、稳妥。

实验进行时,不得离开岗位,要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气,破裂

现象。

当进行有可能发生危险的实验时 ,要根据实验情况采取必要的安全措施 ,如佩戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。

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或吃食物。实验结束后要仔细洗手。

熟悉和掌握安全用具如灭火器材、砂箱以及急救药盒的放置地点和使用方法。

摇摇 (二)实验室事故的预防、处理和急救

火灾的预防和处理摇实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的 ,特别要预防着火。应注意以下几点 :

(员) 操作易燃溶剂时 ,特别要注意远离火源 ,不能将易燃溶剂放在敞口容器 (如烧杯)中直火加热 ,加热必须在水浴或油浴中进行。尽量防止或减少易燃物气体的外逸 ,倾倒时要关闭火源 ,并注意室内通风 ,及时排出室内的有机物蒸气。

(圆) 易燃及易挥发有机物 ,不得倒入废物缸内。大量的要专门回收处理 ,少量的可倒入水槽内 ,用水冲走 (与水有猛烈反应者除外)。

(猿) 实验室内不得存放大量易燃物。

(源) 燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等不得乱抛、乱掷。

(缘) 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 ,控制事故扩大。首先 ,立即切断煤气和电源 ,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。干砂和湿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 ,一手应提在喷二氧化碳喇叭筒的把手上 ,打开开关 ,二氧化碳即可喷出。特别适合于油脂、电器及其他贵重仪器的灭火。一般灭火 ,都应从火的四周开始向中心扑灭。在大多数场合下 ,不能用水来扑灭有机物着火。因为一般有机物都比水轻 ,泼水后火不但不熄灭 ,反而漂浮在水面燃烧 ,火势随水流更加蔓延。有机化学实验室灭火 ,常采用使燃着的物质隔绝空气的办法 ,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 ,用石棉布等将着火部位包起来 ,或在地上滚动熄灭火焰。

表 员摇常用易燃溶剂蒸汽爆炸极限

名称	沸点 (益)	闪燃点 (益)	爆炸范围 (体积 豫)
甲醇	远	员	远-猿
乙醇	苑	员	猿-员
乙醚	猿	原	员-猿
丙酮	缘	原	圆-员
苯	愿	原	员-苑
乙酸乙酯	苑	原	圆-员
异丙醇	愿	员	圆-员

摇摇由上表可知 ,这几种常用溶剂闪燃点温度都在室温以下 ,其中又以乙醚最危险 ,它的沸点低 ,蒸气压高 ,爆炸极限下值很低 ,范围又大 ,故使用时须特别小心。

表 员原圆摇易燃气体的爆炸极限

气 体	空气中的含量 (体 积 豫)
氢气 (匀 ₂)	源- 苑
一氧化碳 (悦韵)	员圆- 苑圆
氨 (晕匀 ₃)	员缘- 圆苑
甲烷 (悦匀 ₄)	源缘- 员猿
乙炔 (悦匀 ₂)	圆缘- 愿

摇摇由表 员原圆可见 ,氢气和乙炔的爆炸极限下值很低 ,体积范围又很大 ,故使用时须特别小心 ,并保持室内的空气畅通。

圆原圆 割伤的预防摇造成割伤者 ,一般有下列几种情况 :

- (员) 装配仪器时用力过猛或装配不当 ,用力点远离连接部位。
- (圆) 仪器口径不合而勉强连接。
- (猿) 玻璃折断面未烧圆滑 ,有棱角。

因此使用玻璃仪器应注意配套 ,并按要求正确地装配仪器。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 ,再涂上汞溴红 ,用护创膏包扎。伤口较大 ,流血不止时 ,应及时送医院治疗。

圆原猿 爆炸的预防摇实验时 ,仪器堵塞或装配不当 ,减压蒸馏时使用不耐压的仪器 ,违章使用易爆物以及反应过于猛烈 ,难以控制 ,都有可能引起爆炸。为了预防爆炸事故 ,应注意以下几点 :

- (员) 常压反应和蒸馏回流 ,切勿在封闭系统内进行加热。实验进行时 ,必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。
- (圆) 减压蒸馏时 ,不能使用机械强度不大的仪器 (如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等) ,要先仔细检查仪器有无破损和裂缝。
- (猿) 使用易燃易爆物 (如氢气、乙炔和过氧化物)或遇水易燃易爆的物质 (如钠、钾等)时 ,应特别小心 ,严格按操作规程办事。必要时可设置防爆屏。
- (源) 反应过于猛烈 ,要根据不同情况采取冷却和控制加料速度。

圆原源 灼伤的预防和处理摇皮肤接触了高温 (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 ,要避免皮肤与上述物质接触 ,取用有腐蚀性的化学药品时 ,应戴上橡皮手套和防护眼镜。被酸或碱灼伤时 ,应立即用大量水冲洗 ,或酸灼伤用 员豫碳酸氢钠冲洗 ,碱灼伤则用 员豫硼酸溶液冲洗 ,最后用水冲洗。严重者可要消毒灼伤面 ,并涂上软膏 ,送医院就诊。

圆原缘 中毒的预防摇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 :

- (员) 药品切勿沾在皮肤上 ,尤其是剧毒药品。实验完毕后立即洗手。
- (圆) 处理有毒或腐蚀性物质时 ,应在通风柜中进行 ,并使用防护用品 ,尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内。

(猿) 对沾染过有毒物质的仪器和用具 ,实验完毕后 ,应当立即采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。

三、有机化学实验常用仪器和设备

摇摇 (一) 玻璃仪器

摇摇员常用普通玻璃仪器摇使用玻璃仪器应轻拿轻放 ,除试管等少数仪器外都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压 ,不能作减压蒸馏用。厚壁玻璃器皿 (如抽滤瓶、干燥器等)不耐热 ,故不能烘烤。广口容器 (如烧杯)不能贮存有机溶剂。带活塞的玻璃器皿 (如分液漏斗) ,用过洗涤后 ,在活塞与磨口间应垫上纸片 ,以防粘住。如已粘住 ,可用电吹风吹热 ,或用水煮后再轻敲塞子 ,使之松开。此外 ,不能用温度计作搅拌棒 ,也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计用后要缓缓冷却 ,不可立即用冷水洗 ,以免炸裂。

有机实验室常用的普通玻璃仪器如图 员原员所示。

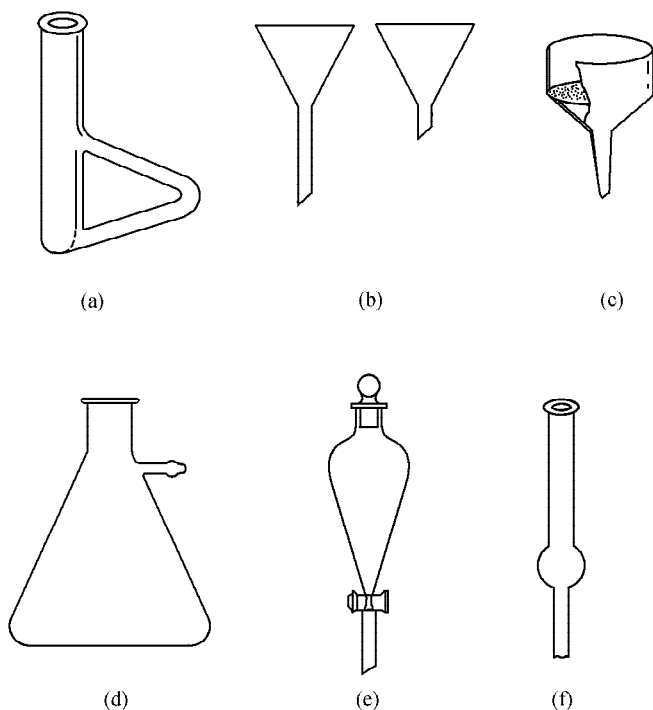


图 员原员 常用普通玻璃仪器

(猿) 提勒熔点管 , (圆) 长颈、短颈玻璃漏斗 , (槽) 布氏漏斗 ,

(抽) 抽滤瓶 , (漏) 分液漏斗 , (干) 干燥管。

摇摇员标准磨口仪器摇标准磨口仪器由于使用方便、简单 ,在有机化学实验中 ,越来越多地被使用 ,常用的如图 员原圆所示。

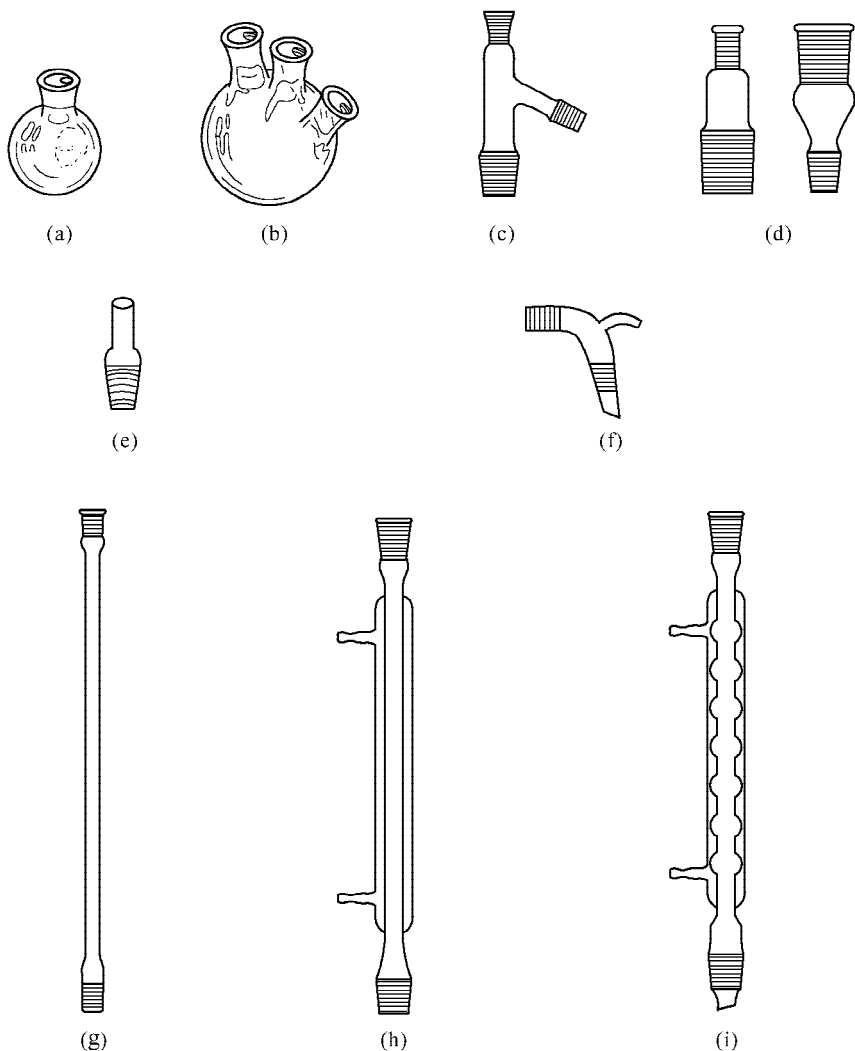


图 1-1 标准磨口玻璃仪器

(a)圆底烧瓶, (b)三颈烧瓶, (c)蒸馏头, (d)换接头, (e)温度计套管,
(f)接收管, (g)空气冷凝管, (h)直型冷凝管, (i)球形冷凝管。

摇相同编号的内外磨口,可相互连接。这样既可免去配塞子及钻孔等麻烦,又能避免反应物及产物被软木塞(或橡皮塞)所沾污。

使用标准磨口仪器,除了要注意一般玻璃仪器的轻拿轻放、及时清洗、不能直火加热等注意事项外,还要注意下列几点:

(a) 磨口处必须洁净,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。

(b) 用后应拆开洗净,否则长期放置后,磨口连接处常会粘牢而不易拆开。

(c) 一般使用磨口仪器,不需涂润滑油(凡士林或真空油脂)。若反应中有强碱,则应该涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。

(原) 安装标准磨口仪器时,应特别注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的压力,否则加热时仪器受热,应压力增大,易将仪器折裂。

(缘) 洗涤磨口时,应避免用去污粉擦洗,以免损坏磨口。

猿仪器的洗涤摇一般将仪器淋湿后,用毛刷蘸取肥皂粉进行擦刷,除去壁上的污物后,用水将肥皂粉冲洗干净后晾干。容器壁内应不留污物,不现油渍。

对一些较难洗去的污垢或者对需要仪器清洁度更高的实验,可将玻璃仪器先放在醇钠碱缸或者洗涤液中浸泡一段时间后,再用清水冲洗后,烘干。

摇摇(二)金属用具

摇摇铁夹、铁架、铁圈、三脚架、水浴锅、保温漏斗、镊子、剪刀、三角锉刀、圆锉刀、打孔器、不锈钢刮刀、煤气灯等。

摇摇(三)电学仪器及小型机电设备

摇摇猿电动搅拌器摇如图 员原猿 搅拌是有机制备实验中最常见的基本操作之一,可用手工搅拌和机械搅拌。反应时间较短,反应物较少或加热温度不太高,反应物无较大气味的情况下,可用手工搅拌或振摇容器,即可达到充分混合的目的。

在反应物量较大且厚稠难以搅拌情况下,可采用电动搅拌器。使用时应注意接上地线,并先试一下搅拌器的转动是否灵活、平稳,电动机的轴线与搅拌棒是否成直线,以免搅拌棒扭断。现在普遍使用聚四氟乙烯材料压盖型搅拌器密封装置。它的优点是使用方便和安全。

圆磁力搅拌器摇如图 员原源 这种搅拌器是通过搅拌器内的磁场的不断旋转带动容器内软铁搅拌子随之旋转,从而达到搅拌的目的。一般还带有电加热装置,尤其适宜小量反应的搅拌及加热。

猿调压变压器摇如图 员原缘 调压变压器的主要用途是通过调节电压来调节电加热速度或者搅拌器的转动速度等,使用时要注意安全用电,接好地线。输入端和输出端不能接错。不允许超负荷使用,调节时要缓慢、均匀,用完后旋钮回零断电,并保持它的干燥、清洁。

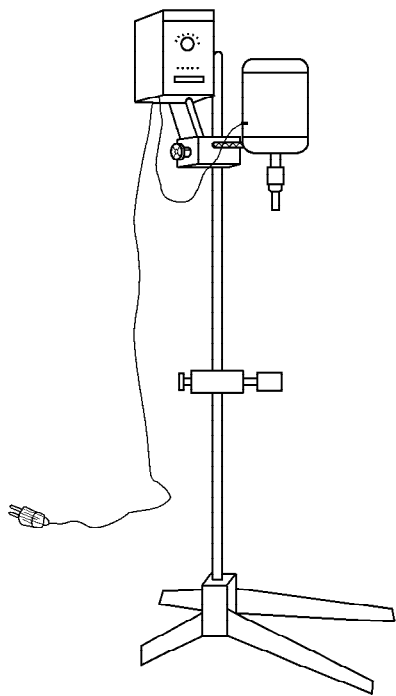


图 员原猿 电动搅拌器

源烘箱摇烘箱是用来干燥玻璃仪器或烘干一些无腐蚀性、加热时不分解的化学品。有各种不同大小和规格,使用前一定要仔细阅读使用说明,严格按其操作规程来使用。

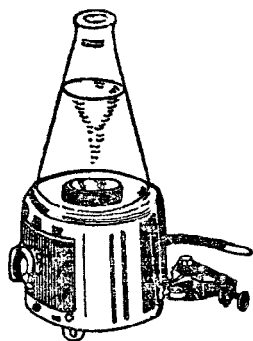


图 1 磁力搅拌器

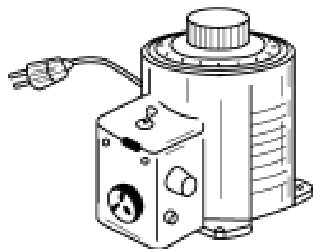
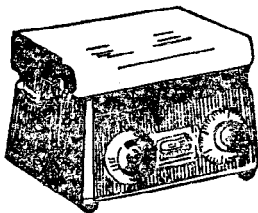


图 2 调压变压器

四、有机化学实验中仪器的装配和常用仪器装置

（一）仪器的装配

把各种仪器及配件装配成某一装置时，必须注意以下几点：

1. 热源的选择 实验中用得最多的是石棉网、水浴、油浴、砂浴和空气浴。根据需要温度的高低和化合物的特性来决定。一般低于 100°C 的用水浴，高于 100°C 的用油浴。如果化合物比较稳定，沸点较高又不易燃，可以在石棉网上加热。具体的选择见第二章中“加热、制冷和干燥技术”。

2. 熟悉装置的仪器和配件。

3. 根据实验要求，选择干净合适的仪器，做好装配前的一切准备工作。

4. 从安全、整洁、方便和留有余地的要求出发，大致确定安排台面和装配仪器的位置。然后放好铁架台，按照一定的要求和顺序，一般是从下到上，从左到右，先难后易，逐个地装配。拆卸时，按照与装配时相反的顺序，逐个地拆除。

5. 仪器用铁夹牢固地夹住，不宜太松或太紧。铁夹不能与玻璃直接接触，应套上橡皮管，粘上石棉垫，或用石棉绳包扎起来。需要加热的仪器，应夹住仪器受热最低的位置。冷凝管则应夹在中间部分。

6. 装配完毕后必须先对仪器和装置仔细地进行检查。每件仪器和配件是否合乎要求，有无破损，整个装配是否做到正确、整齐、稳妥、严密，再进行安全检查（包括仪器安全、系统安全和环境安全）。注意装置是否与大气相通，不能为封闭体系，经检查确认装置没有问题后方能使用。

以蒸馏装置为例。装配前必须做好几件事。第一，了解装置和仪器。第二，提前选择好仪器，进行清洗和干燥。第三，选择合适的塞子并打好孔，选用磨口仪器，接头处的规格应配套。开始装配时，先确定好台面和每件仪器的大致位置，台面稍留大点，再考虑加热位置附近是否有易燃物，冷凝管接冷却水是否方便。平行地放好两台支架，一台支架根据热源的高低用铁夹夹好蒸馏烧瓶，其轴线应通过台支架的重心并垂直于铁板，做到瓶颈和支管两轴线构成的平面与实验者平行；另一台支架在适当的高度上夹好直形冷凝管的中间偏上处，冷凝

管的高低和方向要依蒸馏烧瓶和蒸馏头而定。调整冷凝管的方向 (不离原平面) ,使其轴线与蒸馏头的轴线平行。然后平移台支架和调整十字夹的高度 ,使冷凝管的上口靠近蒸馏头的支管口且两者同轴线。夹紧十字夹 ,松动冷凝管夹子 ,把冷凝管上移 ,套上蒸馏头支管上的磨口 ,套紧后再夹好冷凝管。自下而上接通冷却水 ,装好接收管 ,放好接收瓶 ,正确地装上温度计。仔细检查整个装置 ,做到装配正确 ,布局合理即可进行蒸馏。

摇摇 (二)常用的仪器装置

摇摇回流装置摇有机化学实验中经常使用回流装置 ,如图 圆原远所示。回流加热前应先加入沸石 ,根据烧瓶内液体的沸点高低 ,可选用水浴、油浴、石棉网直接加热等方式。回流速度应控制在液体蒸气浸润不超过两个球为宜。如需无水反应系统 ,可以在球型冷凝管顶端插上干燥管。

摇摇蒸馏装置摇蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体和除去有机溶剂的常用方法。图 圆原为最简单的常压蒸馏装置。如要蒸馏沸点在 员园益以上的液体 ,由于液体蒸气温度较高 ,会使水冷凝管炸裂 ,可将其改为空气冷凝管。

摇摇气体吸收装置摇图 员原为气体吸收装置 ,用于吸收反应过程中生成的有刺激性和水溶性的气体 (例如氯化氢、二氧化硫等) 。其中 (葬) 和 (遭)可作少量气体的吸收装置。(葬)中的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 ,也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 (糟)的装置 ,水自上端流入抽滤瓶 ,在恒定的水面上溢出 ,粗玻管恰好伸入水面 ,被水封住 ,以防气体进入大气中。图中的粗玻管也可用 再形管代替。

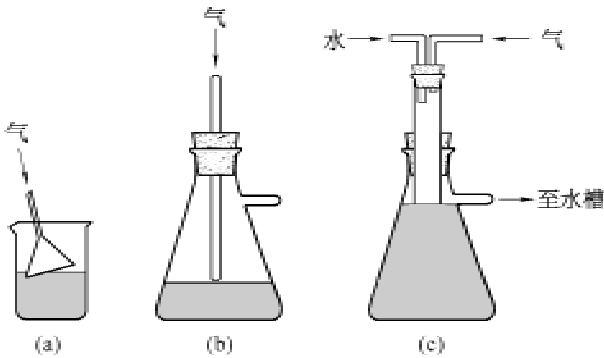


图 员原摇气体吸收装置

五、实验药品的准备

摇摇 (一) 药品规格的选定

摇摇常用化学试剂根据其纯度不同 ,分成不同的规格。我国生产的试剂一般分为四种级别 (表 员原袁)。

表 员原瑶化学试剂规格

试剂级别	中文名称	代号	瓶签颜色	使用要求
一级品	优级纯	颉	绿色	用于基准物质 ,主要用于精密的科学研究和分析鉴定
二级品	分析纯	粤	红色	主要用于一般科学分析和分析鉴定
三级品	化学纯	悦	蓝色	用于要求较高的有机和无机化学实验 ,也常用于要求较低的分析实验。
四级品	实验试剂	蕴	棕色、黄色或其他颜色	主要用于普通的实验和科学研究上 ,有时也用于要求较高的工业生产中。

摇摇 * 颉是 颉的缩写,粤是 粤的缩写,悦是 悦的缩写,蕴是 蕴的缩写。

除上述一般试剂外 ,还有一些特殊要求的试剂 ,如指示剂、生化试剂和超纯试剂等。这些都在瓶签上注明。

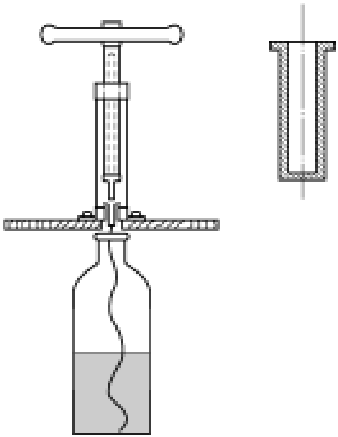
试剂级纯度较高 ,工业品则含有较多的杂质。药品的纯度越高价格越贵 ,在选用药品规格时 ,既要考虑实验的要求 ,又要考虑节约的原则。在不影响实验结果的前提下 ,常用低规格的药品 ,而不用高规格的药品。

摇摇 (二)常用有机试剂的纯化

摇摇无水乙醚摇摇沸点 颉,折光率 颉,相对密度 颉。普通乙醚常含有 颉乙醇和 颉水。久藏的乙醚常含有少量过氧化物。

过氧化物的检验和除去 :在干净的试管中放入 圆~ 猿滴浓硫酸、员皂 颉碘化钾溶液 (若碘化钾溶液已被空气氧化 ,可用稀亚硫酸钠溶液滴到黄色消失)和 员~ 圆滴淀粉溶液 ,混合均匀后加入乙醚 ,出现蓝色即表示有过氧化物存在。除去过氧化物可用新配制的硫酸亚铁稀溶液 (配制方法是 云藻的 · 苑的 颉早,员皂 颉水和 远皂 颉浓硫酸)。将 员皂 颉乙醚和 员皂 颉新配制的硫酸亚铁溶液放在分液漏斗中洗数次 ,至无过氧化物为止。

醇和水的检验和除去 :乙醚中放入少许高锰酸钾粉末和一粒氢氧化钠。放置后 ,氢氧化钠表面附有棕色树脂 ,即证明有醇存在。水的存在用无水硫酸铜检验。先用无水氯化钙除去大部分水 ,再经金属钠干燥。其方法是 :将 员皂 颉乙醚放在干燥锥形瓶中 ,加入 圆~ 圆皂 颉早无水氯化钙 ,瓶口用软木塞塞紧 ,放置一天以上 ,并间断振摇 ,然后过滤蒸馏 ,收集 颉~ 颉的馏分。用压钠机 (图 员原)将 员早金属钠直接压成钠丝放于盛乙醚的瓶中 ,用带有氯化钙干燥管的软木塞塞住瓶口 ,或在木塞中插一末端拉成毛细管的玻璃管 ,这样 ,既可防止潮气浸入 ,又可使产生的气体逸出。放置至无气泡发生即可使用 ;放置后 ,若钠丝表面已变黄变粗时 ,须再过滤蒸馏一次 ,然后再压入钠丝。



摇摇无水乙醇摇摇沸点 颉,折光率 颉,相对密度 颉。

图 员原压钠机

制备无水乙醇的方法很多,根据对无水乙醇质量的要求不同而选择不同的方法。

若要求 95%~99% 的乙醇,可采用下列方法:

(1) 利用苯、水和乙醇形成低共沸混合物的性质,将苯加入乙醇中,进行分馏,在 78.2℃ 时蒸出苯、水、乙醇的三元恒沸混合物,多余的苯在 68.2℃ 与乙醇形成二元恒沸混合物被蒸出,最后蒸出乙醇。工业上多采用此法。

(2) 用生石灰脱水。于 95% 乙醇中加入新鲜的块状生石灰,回流 2h,然后进行蒸馏。

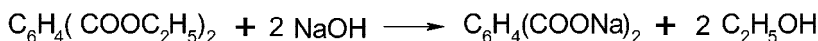
若要 99% 以上的乙醇,可采用下列方法:

(1) 在 95% 乙醇中加入金属钠,待反应完毕,再加入邻苯二甲酸二乙酯或草酸二乙酯,回流 2h,然后进行蒸馏。

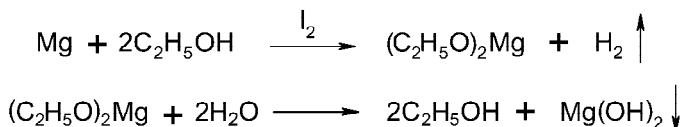
金属钠虽能与乙醇中的水作用,产生氢气和氢氧化钠,但所生成的氢氧化钠又与乙醇发生如下的平衡反应:



因此单独使用金属钠不能完全除去乙醇中的水,须加入过量的高沸点酯,如邻苯二甲酸二乙酯与生成的氢氧化钠作用,抑制上述反应,从而达到进一步脱水的目的。反应如下:



(2) 在 95% 乙醇中,加入镁和碘,待镁溶解生成醇镁后,再加入 95% 乙醇,回流 2h,蒸馏,可得到 99% 乙醇。反应如下:



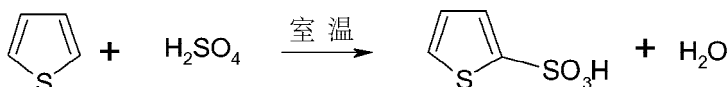
由于乙醇具有非常强的吸湿性,所以在操作时,动作要迅速,尽量减少转移次数以防空气中的水分进入,同时所用仪器必须事前干燥好。

无水无噻吩苯的沸点 80.1℃,折光率 1.496,相对密度 0.879。

普通苯常含有少量水和噻吩,噻吩的沸点 41℃,与苯接近,不能用蒸馏的方法除去。

噻吩的检验:取苯加入含有吡啶的浓硫酸,振荡片刻,若酸层呈蓝绿色,即表示有噻吩存在。

噻吩和水的除去:将苯装入分液漏斗中,加入相当于苯体积七分之一的浓硫酸,振荡使噻吩磺化,弃去酸液,再加入新的浓硫酸,重复操作几次,直到酸层呈现无色或淡黄色并检验无噻吩为止。反应如下:



将上述无噻吩的苯依次用碳酸钠溶液和水洗至中性,再用氯化钙干燥,进行蒸馏,收集 80.1℃ 的馏分,最后用金属钠脱去微量的水得无水苯。

无水酮的沸点 56.2℃,折光率 1.375,相对密度 0.804。

普通丙酮常含有少量的水及甲醇、乙醛等还原性杂质。其纯化方法有：

(员) 于 圆缘皂丙酮中加入 圆缘皂高锰酸钾回流,若高锰酸钾紫色很快消失,再加入少量高锰酸钾继续回流,至紫色不褪为止。然后将丙酮蒸出,用无水碳酸钾或无水硫酸钙干燥,过滤后蒸馏,收集 缘缘~缘远益的馏分。用此法纯化丙酮时,须注意丙酮中含还原性物质不能太多,否则过多消耗高锰酸钾和丙酮,使处理时间增长。

(圆) 将 缘皂丙酮装入分液漏斗中,先加入 源皂硝酸银溶液,再加入 猿皂氢氧化钠溶液,振摇 缘皂,分出丙酮层,再加入无水硫酸钾或无水硫酸钙进行干燥。最后蒸馏收集 缘缘~缘远益馏分。此法比方法(员)要快,但硝酸银较贵,只宜做小量纯化用。

缘氯仿摇沸点 远援益,折光率 灶_D²⁰ 员援源缘,相对密度 孕₄²⁰ 员援肆圆。

氯仿在日光下易氧化成氯气、氯化氢和光气(剧毒),故氯仿应贮于棕色瓶中。市场上供应的氯仿多用 员皂乙醇做稳定剂,以消除产生的光气。氯仿中乙醇的检验可用碘仿反应;游离氯化氢检验可用硝酸银的醇溶液。

除去乙醇可将氯仿用其二分之一体积的水振摇数次分离下层的氯仿,用氯化钙干燥 圆皂,然后蒸馏。

另一种纯化方法 将氯仿与少量浓硫酸一起振摇两三次。每 圆皂氯仿用 员皂浓硫酸,分去酸层以后的氯仿用水洗涤,干燥,然后蒸馏。

除去乙醇后的无水氯仿应保存在棕色瓶中并避光存放,以免光化作用产生光气。

远援二氯甲烷摇沸点 源益,折光率 灶_D²⁰ 员援源圆,相对密度 孕₄²⁰ 员援肆远。

使用二氯甲烷比氯仿安全,因此常常用它来代替氯仿作为比水重的萃取剂。普通的二氯甲烷一般都能直接做萃取剂用。如需纯化,可用 缘皂碳酸钠溶液洗涤,再用水洗涤,然后用无水氯化钙干燥,蒸馏收集 源~源益的馏分,保存在棕色瓶中。

苑援醋酸乙酯摇沸点 苑援远益,折光率 灶_D²⁰ 员援肆圆,相对密度 孕₄²⁰ 园援肆圆。

醋酸乙酯一般含量为 怨缘~怨缘,含有少量水、乙醇和醋酸。可用下法纯化:于 员皂醋酸乙酯中加入 员皂醋酸酐,员滴浓硫酸,加热回流 源皂,除去乙醇和水等杂质,然后进行蒸馏。馏液用 圆~猿皂无水碳酸钾振荡,再蒸馏。产物沸点为 苑益,纯度可达 怨缘以上。

愿援甲醇摇沸点 远援远益,折光率 灶_D²⁰ 员援肆圆,相对密度 孕₄²⁰ 园援苑源。

普通未精制的甲醇含有 园援缘丙酮和 园援缘水。而工业甲醇中这些杂质的含量达 园缘~员缘。

为了制得纯度达 怨缘以上的甲醇,可将甲醇用分馏柱分馏,收集 远益的馏分,再用镁去水(与制备无水乙醇相同)。甲醇有毒,处理时应防止吸入其蒸气。

怨援石油醚摇石油醚为轻质石油产品,是低相对分子质量烷烃类的混合物。其沸程为 猿~员益,收集的温度区间一般为 猿益左右。有 猿~远益,远~怨益,怨~员益等沸程规格的石油醚。其中含有少量不饱和烃,沸点与烷烃相近,用蒸馏法无法分离。

石油醚的精制通常将石油醚用其 员皂体积的浓硫酸洗涤 圆~猿次,再用 员皂硫酸加入高锰酸钾配成的饱和溶液洗涤,直至水层中的紫色不再消失为止。然后再用水洗,经无水氯化钙干燥后蒸馏。若需绝对干燥的石油醚,可加入钠丝(与纯化无水乙醚相同)。

员援二硫化碳摇沸点 远援肆益,折光率 灶_D²⁰ 员援肆圆,相对密度 孕₄²⁰ 员援肆圆。