

有机化学实验操作技能培训

有机化学实验基础知识

1. 化学试剂的规格

根据国家和有关部门颁布的标准，化学试剂按其纯度和杂质含量的高低分为四个等级（表 1-1）。优级纯（一级）试剂，又称保证试剂，杂质含量最低，纯度最高，适用于精密的分析及研究工作。

分析纯（二级）及化学纯（三级）试剂，适用于一般的分析研究及教学实验工作。

实验试剂（四级），只能用于一般性的化学实验及教学工作。

表 1-1 化学试剂的级别

级 别	一级	二级	三级	四级
中 文 名	优级纯	分析纯	化学纯	实验试剂
英文标志	GR	AR	CP	LR
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色或黄色

除上述四种级别的试剂外，还有适合某一方面需要的特殊规格试剂，如“基准试剂”、“色谱试剂”、“生化试剂”等，另外还有“高纯试剂”，它又细分为“高纯”、“超纯”、“光谱纯”等。

2. 气体钢瓶

气体钢瓶是储存压缩气体或液化气的高压容器。实验室常用它直接获得各种气体。钢瓶是用无缝合金钢或碳素钢管制成的圆柱型容器。器壁很厚，一般最高工作压力为 15MPa。钢瓶口内外壁均有螺纹，以连接钢瓶启闭阀门和钢瓶帽。瓶外还装有两个橡胶制的防震圈。钢瓶阀门侧面接头具有左旋或右旋的连接螺纹，可燃性气体为左旋，非可燃性及助燃气体为右旋。各种高压气体钢瓶外表都涂上特定颜色的油漆以及特定颜色的标明气体名称的字样（见表 1-2）。

表 1-2 高压气体钢瓶及字样颜色

气体名称（及字样）	钢瓶外表颜色	字样颜色	气体名称（及字样）	钢瓶外表颜色	字样颜色
氧	天蓝色	黑色	氯气	草绿色	白色
氢	绿色	红色	二氧化碳	黑色	黄色
氮	黑色	黄色	纯氩	灰色	绿色
压缩空气	黑色	白色	乙炔	白色	红色
氨	黄色	黑色	石油气体	灰色	红色

蒸馏与分馏

1. 蒸馏

(1) 什么是沸点：

每种纯液态有机物在一定的压力下具有固定的沸点，当液态有机物受热时，蒸气压增大，待蒸气压达到大气压或所给定的压力时，即 $P_{\text{蒸}} = P_{\text{外}}$ ，液体沸腾，这时的温度称为液体的沸点。

(2) 液—气—液的过程

蒸馏就是将液态物质加热到沸腾变为蒸气，又将蒸气冷凝为液体这两个过程的联合操作。如果将某液体混合物（内含两种以上的物质，这几种物质沸点相差较大，一般大于 30°C ）进行蒸馏，那么沸点较低者先蒸出，沸点较高者后蒸出，不挥发的组分留在蒸馏瓶内，这样就可以达到分离和提纯的目的。

纯液态有机物在蒸馏过程中沸点变化范围很小（一般 $0.5\text{--}1.0^{\circ}\text{C}$ ）。根据蒸馏所测定的沸程，可以判断该液体物质的纯度。

归纳起来，蒸馏的意义有以下三个方面：

- ① 分离和提纯液态有机物。
- ② 测出某纯液态物质的沸程，如果该物质为未知物，那么根据所测得的沸程数据，查物理常数手册，可以知道该未知物可能是什么物质。
- ③ 根据所测定的沸程可以判断该液态有机物的纯度。

2. 分馏

普通蒸馏只能分离和提纯沸点相差较大的物质，一般至少相差 30°C 以上才能得到较好的分离效果。对沸点较接近的混合物用普通蒸馏法就难以分开。虽经多次的蒸馏可达到较好的分离效果，但操作比较麻烦，损失量也很大。在这种情况下，应采取分馏法来提纯该混合物。

分馏的基本原理与蒸馏相类似，所不同的是在装置上多一个分馏柱，使气化、冷凝的过程由一次变为多次。简单地说，分馏就是多次蒸馏。

分馏就是利用分馏柱来实现这“多次重复”的蒸馏过程。当混合物的蒸气进入分馏柱时，由于柱外空气的冷却，蒸气中高沸点的组分易被冷凝，所以冷凝液中就含有较多高沸点物质，而蒸气中低沸点的成分就相对地增多。冷凝液向下流动时又与上升的蒸气接触，二者之间进行热量交换，使上升蒸气中高沸点的物质被冷凝下来，低沸点的物质仍呈蒸气上升；而在冷凝液中低沸点的物质则受热气化，高沸点的物质仍呈液态。如此经多次的液相与气相的热交换，使得低沸点的物质不断上升最后被蒸馏出来，高沸点的物质则不断流回烧瓶中，从而将沸点不同的物质分离。分馏是分离提纯沸点接近的液体混合物的一种重要的方法。

3. 仪器安装要点

(1) 蒸馏烧瓶大小的选择：视待蒸馏液体的体积而定。通常为蒸馏液体的体积占蒸馏烧瓶容量的 $1/3\text{--}2/3$ 。加料时不能直接从蒸馏头上口倒入，应用长颈漏斗或卸下圆底烧瓶加料。

(2) 冷凝管的选择

蒸（分）馏用的冷凝管主要有直形冷凝管及空气冷凝管，若被蒸馏物质的沸点低于 140°C ，使用直形冷凝管，在夹套内通冷却水。若被蒸馏物质的沸点高于 140°C ，直形冷凝管的内管及外管接

合处易发生爆裂，故应改用空气冷凝管。

(3) 以**热源为基准**，根据由下到上，由左到右（或由右到左）的原则，首先将装有待蒸馏物质的圆底烧瓶固定在铁架台上，然后插入蒸馏头，顺次连接冷凝管、接引管、锥形瓶，最后插入温度计套管和温度计。在同一桌面上，安装两套蒸馏装置时，必须是蒸馏瓶对蒸馏瓶（头对头），或锥形瓶对锥形瓶（尾对尾），避免着火。

(4) 温度计水银球的位置是：水银球的上端与蒸馏头支管的下侧在同一水平面上，使水银球能完全被蒸气所包围。

(5) 冷凝管通冷却水的方向应从冷凝管的下端进水，上端出水，并且上端的出水口应朝上，以保证冷凝管的夹层中充满水。

(6) 仪器安装完成后，检查各个磨口是否紧密相连，防止漏气。无论从正面或侧面来观察，全套仪器的轴线都应在同一平面内，铁架台都应整齐地放在仪器的背部，做到美观端正、横平竖直。

(7) 常压蒸馏必须与大气相通，不能把整个体系密闭起来，所以接引管的支管口不能堵塞。用不带支管的接引管时，接引管与接受瓶之间不能用塞子塞住。

(8) 接受瓶可以用锥形瓶或梨形瓶、圆底瓶，但不能用烧杯等敞口的器皿来接受。

4. 操作要点

(1) 通冷却水：

加热前，先通冷却水。冷却水不必开得太大，以免冲水并浪费水。

(2) 加热：

① 加热前在蒸馏烧瓶中加入 2 颗沸石，以防止液体暴沸，使沸腾保持平稳。如果事先忘记加入沸石，必须等液体冷却后补加，决不能在液体加热到沸腾时补加，否则会产生剧烈的爆沸。如果间断蒸馏，每次蒸馏前都要重新加入沸石。

② 加热速度先快后慢，当液体开始沸腾时，可以看到蒸气慢慢上升，同时液体回流。当蒸气的顶端到达水银球部位时，温度急剧上升，这时更应注意控制加热温度，使温度计水银球上总是保持有液珠，此时，液体和蒸气保持平衡，温度计所显示的温度才是真正的液体沸点。因此必须严格控制加热，调节蒸馏速度，蒸馏时以从冷凝管流出液滴的速度约 1~2 滴 / 秒为宜，而分馏时液滴的速度约 1 滴 / 2~3 秒。

(3) 观察沸点及馏分的收集：

① 蒸（分）馏过程中，在达到收集物沸点之前常有沸点较低的液体先蒸出，这部分馏液称为前馏分或馏头。

② 当温度计的读数稳定时，另换接收瓶截取馏分并记录下这部分液体开始馏出时和最后一滴的温度，即是该馏分的沸点范围（简称“沸程”）。馏分的沸点范围越窄，则馏分的纯度越高；若要截取馏分的沸点范围已有规定，即可按规定截取。

③ 蒸馏时，圆底烧瓶中的液体不许蒸干，残留液至少 0.5mL，否则易发生事故（瓶碎裂等）。

(4) 蒸馏结束：

先停止加热，移开热源，待冷却后，再停止通水，拆下仪器。拆除仪器的顺序与装配仪器顺序相反。

减压蒸馏

液体的沸点是指其蒸气压等于外界大气压时的温度。所以液体沸腾的温度是随外界压力的降低而降低的，如果使被蒸馏液体表面上的压力降低，即可降低其沸点。这种在较低压力下进行的蒸馏操作，就称为减压蒸馏。

减压蒸馏是分离和提纯液态有机物的一种重要方法。它特别适用于对那些在常压下简单蒸馏时未达到沸点时已受热分解、氧化或聚合物质的提纯和分离。对于大多数物质而言，当体系压力降低到 20 毫米汞柱时，沸点比常压下的沸点约降低 100~120℃；当减压蒸馏在 10~25 毫米汞柱之间进行时，大体上压力每相差 1 毫米汞柱，沸点约相差 1℃。因此当对某有机物进行减压蒸馏时，可以事先初步估算出在相应压力下该物质的沸点。这对具体操作中选择热源、温度计以及冷凝管等都有一定的参考价值。

减压蒸馏装置一般由蒸馏、抽气、保护和测压四部分组成。蒸馏部分由圆底烧瓶、克氏蒸馏头、冷凝管、接引管和接受器组成。在克氏蒸馏头带有支管一侧的上口插温度计，另一口可插一根末端拉成毛细管的厚壁玻璃管，毛细管的下端离瓶底约 1~2 毫米，玻璃管的上端连有一段带螺旋夹的橡皮管，螺旋夹用以调节进入体系的空气，使毛细管在减压过程中可起到气化中心的作用。蒸馏时若要收集不同组分的馏分，则可使用两尾或多尾接引管。接受器可采用圆底烧瓶、梨形瓶或抽滤瓶（但不能使用锥形瓶或平底烧瓶）。

抽气部分常可使用水泵或油泵。水泵能达到的最低压力为当时室温下的水蒸汽压。例如在水温为 6~8℃时，水蒸汽压为 7~8 毫米汞柱；若水温为 30℃，则水蒸汽压为 31.5 毫米汞柱。油泵的效能取决于油泵的机械结构和油的品质。用电动机驱动的真​​空泵一般可将系统内的压力降至 5~10 毫米汞柱，好的真空泵能降至 0.1 毫米汞柱。

油泵的结构较为精密，如有挥发性有机溶剂、水或酸性蒸气进入会损坏其结构和降低真空效能，所以必须在蒸馏接引管和油泵之间安装冷却阱和几种吸收塔以保护油泵。冷却阱的构造如图所示，将其置于盛有冷却剂的广口保温瓶中，冷却剂的选择随需要而定，如冰-水、冰-盐、干冰等。三个吸收塔从冷阱开始依次装有无水氯化钙、氢氧化钠和石蜡片，用以分别吸收水分、酸性物质和烃类物质。除此之外，在接引管与冷阱之间还必须接上一个安全瓶，瓶上的两通活塞可以起到调节系统压力和放气的作用。

真空系统的压力通常是通过水银压力计来测定的。常见的水银压力计有开口式和封闭式两种。开口式水银压力计两臂汞柱高度之差即为大气压力与系统中压力之差，因此蒸馏系统内的实际压力（真空度）应是当时当地的大气压（以毫米汞柱表示，可从气压计读得）减去这一汞柱差。封闭式水银压力计两臂液面高度之差即为蒸馏系统中的真空度。

在有机实验室里，有时还可以采用搅拌减压蒸馏的方法，与上述的毛细管减压蒸馏法相比，操作更为简便。它是通过向蒸馏瓶中加入搅拌磁子，利用磁子搅拌达到被蒸馏液体受热均匀以避免暴沸。操作时，在蒸馏前先开动搅拌，在蒸馏结束后再关闭搅拌即可。有条件的实验室里，经常可以看到真空旋转蒸发仪。真空旋转蒸发仪实际上就是减压蒸馏器，实验室经常利用它进行液体浓缩和低沸点溶剂的回收等操作。

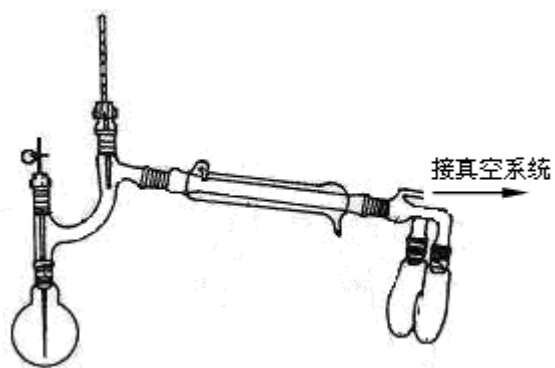


图 减压蒸馏装置

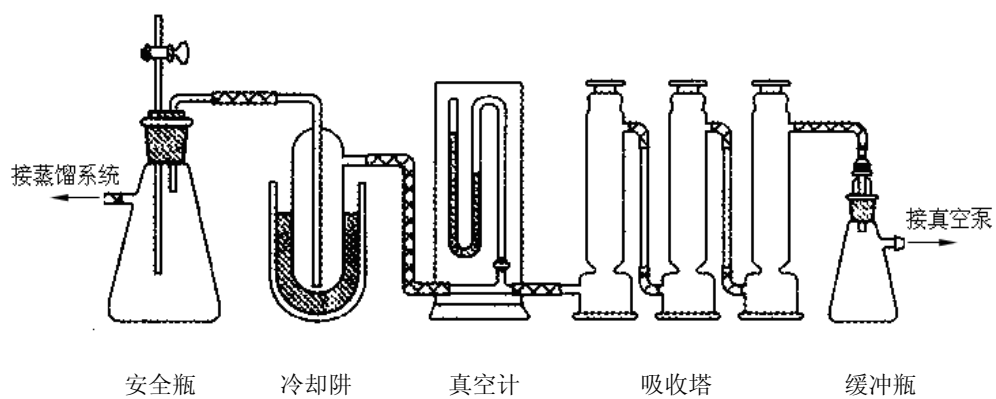
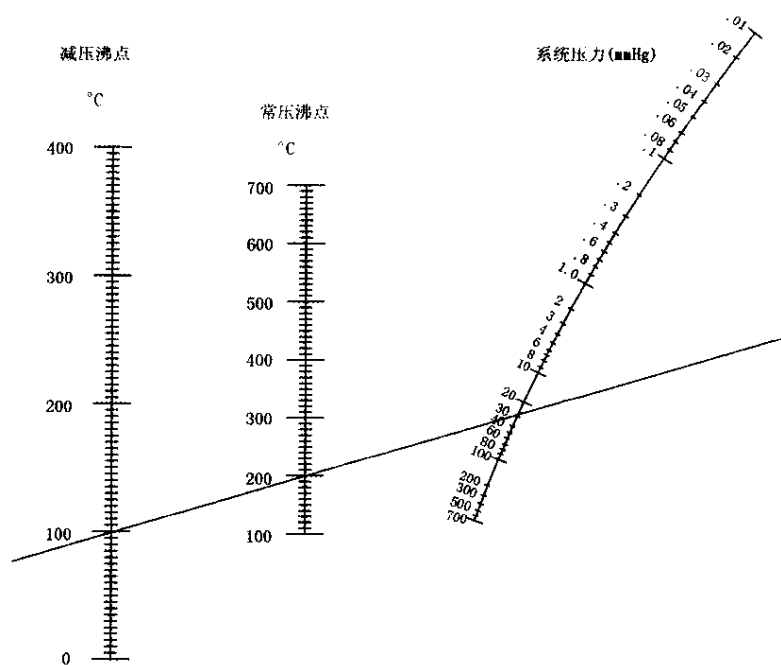


图 减压蒸馏油泵保护装置



水蒸汽蒸馏

水蒸汽蒸馏是分离和纯化有机物质的常用方法，通过水蒸汽蒸馏可以实现液-液分离或液-固分离。但被提纯或分离的物质必须具备以下条件：

- ① 不溶于水或难溶于水；
- ② 与水一起沸腾时不发生化学变化或反应；
- ③ 在 100℃左右该物质蒸气压至少在 10 毫米汞柱以上。

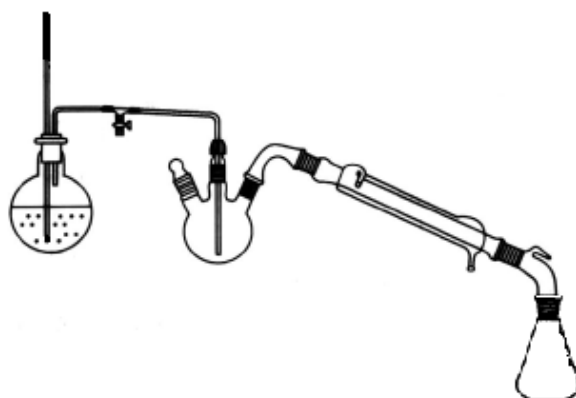
水蒸汽蒸馏常用于下列几种情况：

- ① 在常压下进行简单蒸馏易发生分解的高沸点有机物；
- ② 含有较多固体混合物，而用简单蒸馏、萃取或过滤等方法又难以分离；
- ③ 混合物中含有大量树脂状物质或不挥发性杂质，采用蒸馏、萃取等方法难以分离。

水蒸汽蒸馏装置是由水蒸汽发生器和简单蒸馏装置两部分组成。水蒸汽发生器可以用金属制成，也可用圆底烧瓶代替，发生器的上口通过塞子插入一根长玻璃管，管子的下端接近烧瓶底部，当烧瓶内气压太大时，水可沿着玻管上升，以调节内压，所以此管可以起到安全管的作用。蒸汽发生器的蒸汽导出口通过 T 形管与蒸馏部分的三口烧瓶上的蒸汽导入管相连接。T 形管的支管上套一段短橡皮管，用螺旋夹夹住。水蒸汽导入管通过温度计磨口套管与三口烧瓶的中间口相连接，导入管下端要尽量靠近烧瓶的底部，三口烧瓶的另一口可用空心磨口塞塞住，另外一口则用 75° 磨口蒸馏弯头与冷凝管相连，后面依次与接引管和接受器相连接即可。

水蒸汽蒸馏的具体操作步骤如下：

- ① 向水蒸汽发生器（大圆底烧瓶）中加入总容积 2/3~3/4 的水，向蒸馏三口烧瓶中加入被蒸馏物（被蒸馏物的体积不得超过容积的 1/3）；
- ② 通冷凝水，打开 T 形管上的螺旋夹，使之与大气相通，开始加热水蒸汽发生器，至沸腾后关闭 T 形管上的螺旋夹，使水蒸汽均匀地进入三口烧瓶中；
- ③ 混合物受热翻腾不久便会有有机物和水的混合物蒸气经过冷凝管冷凝成乳浊液进入接受器，调节温度使馏出速度为每秒 2~3 滴为宜；
- ④ 当馏出液澄清透明不再含有油滴时，即可停止蒸馏；
- ⑤ 停止蒸馏时，必须先打开 T 形管上的螺旋夹（否则会产生倒吸），再移去热源，关闭冷却水，拆除装置。



重结晶

从有机反应中分离出的固体有机化合物往往是不纯的，其中常夹杂一些反应副产物、未作用的原料。纯化这类物质的有效方法通常是用合适的溶剂进行重结晶。固-固分离的另一种方法：固体物质的萃取，详见萃取操作。

固体有机物在溶剂中的溶解度随着温度的变化而改变，一般温度升高溶解度也增大，反之则溶解度降低。如果把固体有机物溶解在热的溶剂中制成饱和溶液，然后冷却到室温或室温以下，随着温度下降，原溶液会变成过饱和溶液，从而析出晶体。利用溶剂对被提纯物质和杂质的溶解度的不同，使杂质通过热过滤除去或冷却后被留在母液中，从而达到提纯和分离的目的。重结晶提纯的方法一般用于提纯杂质含量小于 5% 的固体有机物。

重结晶提纯的一般过程为：

1. 将不纯的固体有机物在溶剂的沸点或接近沸点的温度下溶解在溶剂中，制成接近饱和的浓溶液。若固体有机物的熔点较溶剂沸点低，则应制成在熔点温度以下的饱和溶液；
2. 若溶液含有色杂质，可加入活性炭煮沸褪色；
3. 过滤此热溶液以除去其中的不溶性物质及活性炭；
4. 将滤液冷却，使结晶自过饱和溶液中析出，而杂质留在母液中；
5. 抽气过滤，从母液中将结晶分出，洗涤结晶以除去吸附的母液。所得的固体结晶，经干燥后测定其熔点，如发现其纯度不符合要求，则可重复上述重结晶操作直至熔点达标。

重结晶的关键是选择适宜的溶剂。合适的溶剂必须具备以下条件：

1. 不与被提纯物质发生化学反应；
2. 在较高温度时能溶解多量的被提纯物质，而在室温或更低温度时只能溶解少量；
3. 对杂质的溶解度非常大或非常小，前一种情况可让杂质留在母液中不随提纯物质一同析出，后一种情况是使杂质在热过滤时被滤去；
4. 溶剂易挥发，易与结晶分离除去，但沸点不宜过低；
5. 能给出较好的结晶；
6. 价格低、毒性小、易回收、操作安全。

液体物质的干燥

液体物质的干燥通常是通过向带有少量的液体中加入干燥剂，振荡并密封放置而干燥的。

在干燥液体物质或溶液的过程中，并不是干燥剂加得越多越好。实际上，干燥效能的高低取决于干燥剂吸水后结晶水水合物的蒸汽压的大小，蒸汽压越小干燥效能越高。所以，当已经达到化学平衡，加入多余的干燥剂只能造成液体物质的损失。

在实际操作中，应当将被干燥的液体中的水分尽可能分离干净，不应有任何可见的水层。将该液体置于锥形瓶中，用药勺取适量的干燥剂放入液体中，加塞振摇片刻。如发现干燥剂附着瓶壁互相粘结，表明干燥剂不够，应予添加。一般每 10 毫升液体约需 0.5~1 克干燥剂。经干燥后，液体由浑浊变澄清，表明液体中的水分已基本除去。

减压过滤

减压过滤又可称为抽滤或真空过滤。在有机实验中，减压过滤是最为常见的实现固-液分离的有效方法。通过减压过滤，不仅可以加快过滤的速度，还可以对固体进行洗涤和初步干燥。比较常见的过滤装置有吸滤瓶和布氏漏斗以及砂芯漏斗。

普通的减压过滤通常是先选择一张比布氏漏斗内径稍小的圆形滤纸，平整地放在漏斗中，用少量水或有机溶剂湿润滤纸，然后通过橡皮塞将其安装在抽滤瓶上（注意漏斗下端的斜口要对着抽滤瓶侧面的支管），用真空橡皮管将抽滤瓶与水流抽气泵或循环水泵相连接，抽滤时慢慢打开水阀门或关闭安全瓶阀门。

抽滤时，先将上部澄清液沿玻棒倒入漏斗中，加入的量不要超过漏斗的 $\frac{2}{3}$ ，然后把固体物质均匀地分布在滤纸上，继续减压，直至固体物较干为止。

若需对固体物质进行洗涤，则可以先将连接抽滤瓶的橡皮管拔下或开启安全瓶阀门（否则可能会造成水流倒吸），再用少量溶剂淋洗布氏漏斗中固体物，然后再接上橡皮管或关闭安全瓶阀门，抽干即可。

如果晶体的熔点很低，或在室温下溶解度过大，则要求进行低温过滤，这时可以将漏斗和滤液在冰箱中冷却，操作过程尽量迅速即可。若须趁热过滤，则需将布氏漏斗和抽滤瓶在热水浴中预热，操作也需迅速熟练。

萃取与洗涤

萃取是利用物质在两种不互溶（或微溶）溶剂中溶解度或分配比的不同来达到分离、提取或纯化目的的一种操作。

选择萃取剂一般要求为：①与原溶剂不相溶；②与原溶剂密度差相对较大；③被萃取的有机物在该有机溶剂中溶解度较大；④化学稳定性好；⑤易于与被萃取物分离；⑥无毒性、不易燃。

萃取方法用得最多的是从水溶液中萃取有机物，所以在实际操作中用得比较多的溶剂有：乙醚、乙酸乙酯、二氯甲烷、氯仿、四氯化碳、苯、石油醚等。

洗涤常用于在有机物中除去少量酸、碱等杂质。这时一般可以用稀碱或稀酸水溶液来反洗有机溶液，通过中和反应以达到除去杂质的目的。在洗涤或萃取时，当溶液呈碱性时，常常会产生乳化现象。为了破坏乳化现象，通常可以采取以下措施：一是盐析；二是遇碱性溶液乳化时可以加入少量稀硫酸或乙醇；三是增加有机层的相对密度；四是将乳液静置较长时间。

萃取的具体操作如下：

首先选择容积较被萃取溶液体积大一倍以上的分液漏斗，将漏斗活塞取出擦干后薄薄地涂上一层凡士林，塞好活塞后旋转数圈，然后放置在铁圈中（铁圈固定在铁架上）；再关闭活塞，将被萃取溶液和萃取剂（一般为被萃取溶液体积的 $\frac{1}{3}$ ）依次自上口到入到分液漏斗中，塞好上端玻塞或橡皮塞；取下半分液漏斗以右手手掌顶住漏斗磨口玻璃塞，手指握住漏斗的颈部，左手握住漏斗的活塞部分，大拇指和食指按住活塞柄，中指垫在塞座下边，然后振摇；振摇时将漏斗略倾斜，漏斗的活塞部分向上，便于自活塞放气；开始时振摇要慢，每摇几次以后，就要将活塞打开放气，如此反复放气到漏斗中的压力较小时，再剧烈振摇 2-3 分钟，然后将漏斗放回到铁圈中静置；待两层液体完全

分开后，打开上面的玻塞，在将活塞缓缓旋开，下层液体自活塞放出；再从分液漏斗的上口倒出上层液体；水层再倒入漏斗，重复上述萃取操作即可。

薄层色谱

薄层色谱又称为薄层层析（Thin Layer Chromatography, TLC），薄层色谱是一种微量、快速、简便的分离分析方法。薄层色谱在有机实验中常用于反应进程的跟踪、化合物的鉴定、少量样品的精制以及柱色谱的先导等方面。

薄层色谱是将吸附剂均匀地涂铺在玻璃薄板（或其他高分子薄膜）上作为固定相，经干燥活化后点上待分离样品，用适当极性的有机溶剂作为展开剂（即流动相）。当展开剂在吸附剂上展开时，由于样品中各组分对吸附剂的吸附能力不同，吸附能力弱的组分（即极性较弱者）随流动相迅速向前移动，吸附能力强的组分（即极性较强）移动缓慢。经过无数次的吸附和解吸附过程，最终将各组分彼此分开。如果各组分有颜色，则薄板干燥后会出现一系列高低不同的斑点，如果组分不显色，则可以通过各种显色方法使之显色。

在薄板上每个组分上升的高度与展开剂上升的前沿之比称为该化合物的 R_f 值，又称比移值。对于一个化合物当实验条件相同时，其 R_f 值是一样的。

薄层色谱中最常用的吸附剂是硅胶和氧化铝。硅胶是无定形多孔性物质，略有酸性，适用于中性或酸性物质的分离和提纯，硅胶可分为：

硅胶 H——不含粘合剂和其他添加剂；

硅胶 G——含有粘合剂煅石膏（ $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ）；

硅胶 HF_{254} ——含荧光物质，可在波长为 254nm 紫外光下观察荧光；

硅胶 GF_{254} ——既含有荧光物质，又含有粘合剂煅石膏。

与硅胶相似，氧化铝也因含有粘合剂或荧光剂而分为氧化铝 G、氧化铝 HF_{254} 、氧化铝 GF_{254} 。粘合剂除了上述的煅石膏外，还可用羧甲基纤维素钠（CMC）。

薄层色谱法的具体操作方法如下：

（1）薄层板的铺制

薄层板制备的好坏直接影响到色谱的结果，薄层应尽量均匀而且厚度（0.25~1 毫米）要固定。这样有利于提高结果的重复性。称取 3 克硅胶 GF_{254} ，边搅拌边慢慢加入到盛有 6 毫升 0.5%CMC 溶液的烧杯中调成糊状物（3 克硅胶约可铺 7.5×2.5 厘米的载玻片 5~6 块）。将调好的糊状物倒至玻璃片上，用手轻轻振摇或放在桌上轻轻平敲，使表面均匀光滑。

（2）薄层板的活化

将铺好的薄层板放于室温晾干后，放入烘箱内加热活化，活化条件根据需要而定。硅胶板一般在烘箱中渐渐升温，维持 105—110℃活化 30 分钟，氧化铝板在 150—160℃烘 4 小时。薄层板的活性与含水量有关，其活性随含水量的增加而降低。所以，经活化后暂时不用的薄层板应放入干燥器内备用。

（3）点样

在距薄层板一端约 1 厘米处用铅笔轻轻划一横线作为起始线。将样品溶于低沸点溶剂（丙酮、

乙醇、乙醚等)配成 1%左右的溶液,用点样毛细管吸取样品溶液,垂直轻轻地点在起始线上,点样斑点的直径不要超过 2 毫米,斑点过大往往会造成拖尾。一块板可以点多个样品,但样品点之间的距离以 1~1.5 厘米为宜。

(4) 展开剂的选择和展开

展开剂的选择主要是根据样品的极性、溶解度和吸附剂的活性等因素而决定的。溶剂的极性越大,则对化合物的解吸附能力越强,也就是说 R_f 值也越大。如果出现样品各组分的 R_f 值都较小时,则可以加入适量极性较大的溶剂。常用展开剂极性大小次序如下:

己烷和石油醚<环己烷< 四氯化碳< 三氯乙烯< 二硫化碳< 甲苯< 苯< 二氯甲烷< 氯仿<乙醚<乙酸乙酯<丙酮<丙醇<乙醇<甲醇<水<吡啶< 乙酸

薄层色谱的展开需要在密闭的容器中进行。将所选择的展开剂倒入白色广口瓶或层析缸中(液层高度约为 0.5 厘米),待容器中溶剂的蒸气达到饱和后,在将点好样的薄层板以 45~60° 夹角放入展开容器中,注意点样点必须在展开剂液面以上。当展开剂前沿上升到离板顶端 5~10 毫米时,取出薄板,用铅笔划出前沿的位置晾干。

(5) 显色

薄层板晾干后,若分离的化合物本身有颜色,在薄层板上可看到分开的各组分斑点。如果化合物本身无色,若薄层板中含有荧光剂,则可在紫外灯下观察,大多数具有共轭不饱和键的有机化合物都会显示出暗色斑点。此外,还可用碘缸法进行显色。

(常用的显色方法:直接观察、紫外灯下观察、碘熏、喷显色剂、硫酸甲醇溶液浸泡)

(6) 计算 R_f 值

用各种显色方法使斑点出现后,应立即用铅笔或小针划出斑点位置,然后计算出 R_f 。薄层色谱法除了利用小板(载玻片)可以进行化合物鉴定和反应跟踪外,还可以利用大板(大玻璃板)进行少量有机反应产物的分离和提纯。大板和小板的制法相同,上板和小板的点样稍有不同,通常是用毛细吸管吸取样品均匀地分布在离大板一端约两厘米的一条直线上,展开、显色、标记后,用刀片将吸附有所要组分的吸附剂刮下,然后用溶剂浸泡,过滤后抽去溶剂即得所要组分。

有机反应常用装置

加热回流装置

常用的回流装置如图 1-7 所示,其中图 1-7 (1) 是一般的回流装置。若需要防潮,则可在冷凝管顶端装一氯化钙干燥管,如图 1-7 (2) 所示。图 1-7 (3) 是用于防潮并吸收有氯化氢、溴化氢或二氧化硫等气体产生和逸出的反应。根据气体逸出的具体情况,可适当选用图 1-6 中的其它装置。图 1-7 (4) 是用于一边加料、一边进行回流的装置。图 1-7 (5) 是用于滴加、回流过程中测定反应液温度的装置。

进行回流前,应选择合适的烧瓶,液体体积占烧瓶容积的 1 / 2 左右为宜。加热前,先在烧瓶中放入沸石,以防暴沸。回流停止后要再进行加热,必须重新放入沸石。根据瓶内液体的沸腾温度,在 140℃ 以下采用球形冷凝管,高于 140℃ 时应采用空气冷凝管。冷凝水不能开得太大,以免把橡皮管弹掉。加热的方式可根据具体情况选用水浴、油浴、电热套和石棉网直接加热等。回流的速度应

控制在每秒 1 至 2 滴，不宜过快，否则因来不及冷凝，会在冷凝管中造成液泛，而导致液体冲出冷凝管。

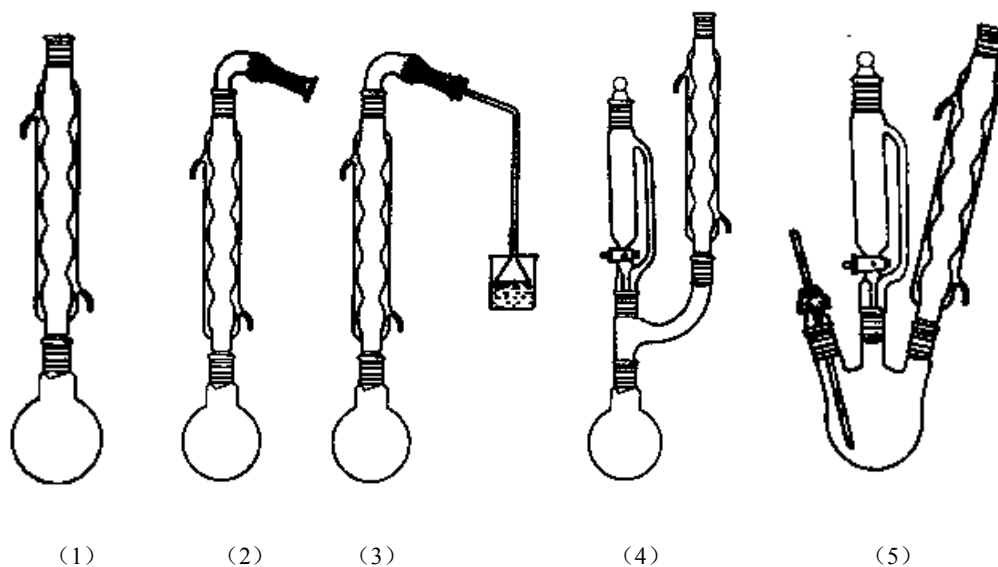


图 1-7 常用的回流装置

机械搅拌装置

当进行非均相反应，或反应物之一要逐渐滴加时，为避免反应瓶内局部过浓、过热而导致其它副反应或有机化合物分解，必须进行搅拌。搅拌常常能使反应温度均匀，缩短反应时间和提高产率。常用的机械搅拌装置见图 1-8。

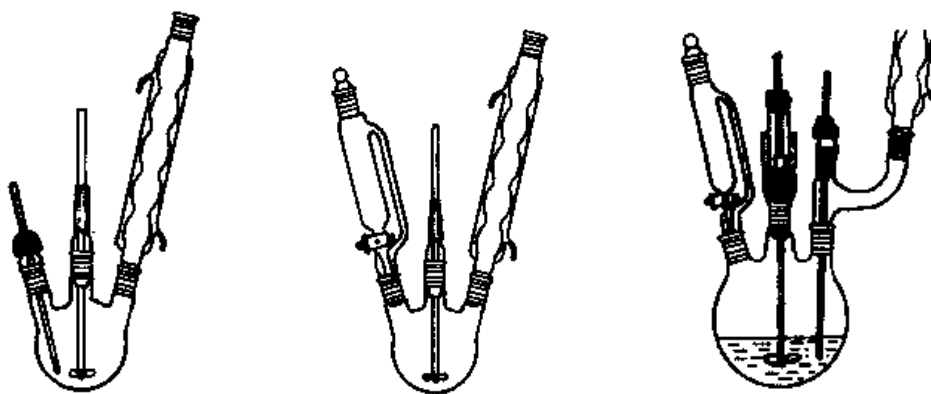


图 1-8 机械搅拌装置图

熔点测定

熔点是固体化合物在 101.325KPa 下固—液两相处于平衡时的温度。纯净的固体有机物一般都有固定的熔点，一个纯化合物从开始熔化（初熔）至完全熔化（全熔）的温度范围叫做熔程或熔距，其熔程一般不超过 0.5~1℃。熔点是鉴定固体有机化合物的重要物理常数，也是化合物纯度的判断标准。当化合物中混有可溶性杂质时，熔程较长，熔点降低。因此，可以通过测定熔点来鉴定有机物，并根据熔程的长短来判断有机物的纯度。

利用熔点测定来鉴定有机物并判断有机物的纯度，可通过分析物质的蒸气压和温度关系曲线图来理解。图 1 是一种物质固相的蒸气压随温度变化的曲线和该物质液相的蒸气压随温度变化的曲线，由于固相蒸气压随温度变化的速度大于液相，使两条曲线交于 M 点。在 M 点处，固液两相蒸气压相同，固液两相并存，这时的温度 (T_m) 即为该物质的熔点。

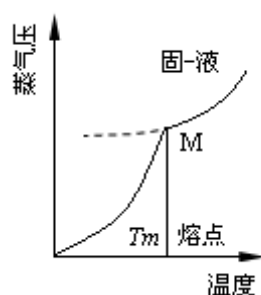
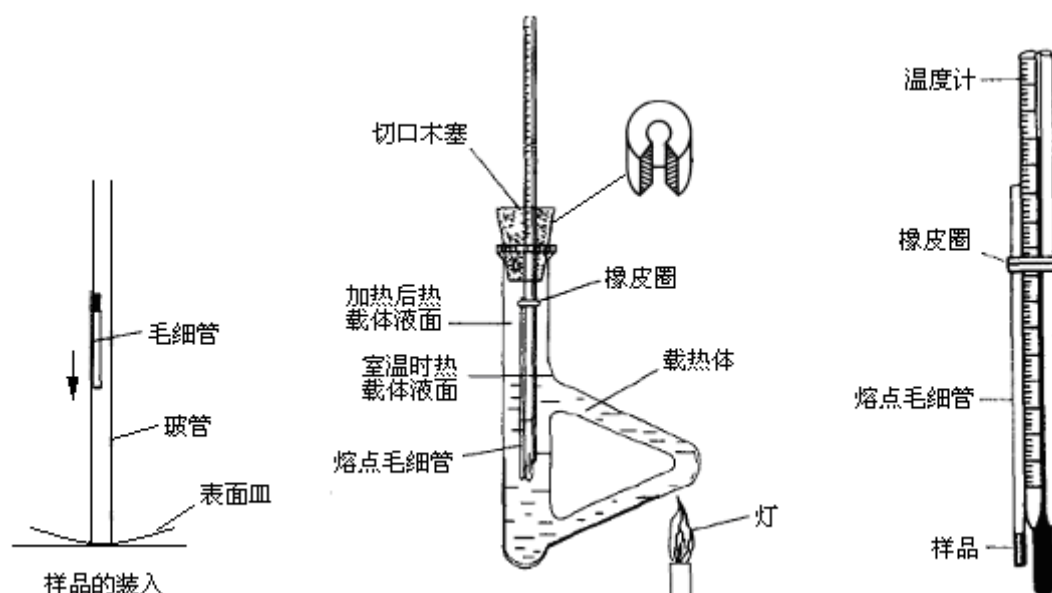


图 1 物质的温度与蒸气压关系图

毛细管法



数字显微熔点仪测定法

旋转蒸发仪

旋转蒸发仪可用来回收、蒸发有机溶剂。由于它使用方便，近年来在有机实验室中被广泛使用。它由一台电机带动可旋转的蒸发器（一般用茄形瓶或圆底烧瓶）、冷凝管、接收瓶等组成，如图 1-16 所示。此装置可在常压或减压下使用，可一次进料，也可分批进料。由于蒸发器在不断旋转，可免加沸石而不会暴沸，同时，液体附于壁上形成了一层液膜，加大了蒸发面积，使蒸发速度加快。使用时应注意：

① 减压蒸馏时，当温度高、真空度低时，瓶内液体可能会暴沸。此时，及时转动插管开关，通入冷空气降低真空度即可。对于不同的物料，应找出合适的温度与真空度，以平稳地进行蒸馏。

② 停止蒸发时，先停止加热，再放空，最后停止抽真空。若烧瓶取不下来，可趁热用木槌轻轻敲打，以便取下。

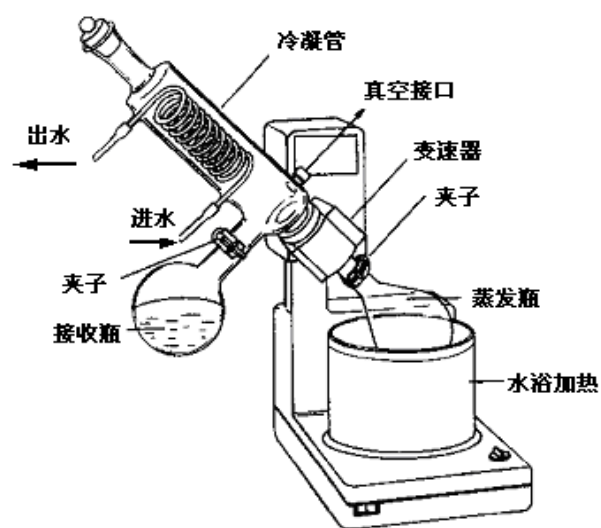


图 1-16 旋转蒸发仪