

21

世纪高等院校教材

有机化学实验

李 明 刘永军 王书文 于跃芹 / 主编

 科学出版社
www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

有机化学实验

李 明 刘永军 主编
王书文 于跃芹

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是山东省有机化学精品课程建设的一项研究成果,是根据化学、应用化学、化工等专业“有机化学实验”的教学内容、国家化学实验教学示范中心对有机化学实验课的基本要求编写的。基础实验立足于让学生掌握常用仪器设备的基本使用方法、实验操作的基本技能,加强有机化合物的分离、分析技术;综合性实验以系列串联实验为主,加强由常量-半微量-微量实验方法的演变;设计性实验是以学生为主体,移植最新的科研成果,只给出研究背景、研究内容和参考文献,供学生进行研究训练。同时本书增加“绿色化”实验内容,引入了多组分反应、固体酸和固体碱催化、离子液体催化、酶催化、微波辅助合成等有机合成中的诸多新概念和新技术。书后附有常用有机试剂的纯化方法、常用试剂的恒沸物表、常用有机化合物的物理常数表、主要基团的红外特征吸收峰、核磁共振氢谱的化学位移等内容,可供相关化学工作者参考和查阅。

本书可作为高等院校化学、应用化学、化工、高分子、材料、生物、环境、医学、药学、安全及海洋等专业的教学用书,也可供相关专业的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/李明等主编. —北京:科学出版社,2010.6

21 世纪高等院校教材

ISBN 978-7-03-028032-9

I. ①有… II. ①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(2010)第 113711 号

责任编辑:杨向萍 陈雅娴 / 责任校对:陈玉凤

责任印制:张克忠 / 封面设计:耕者设计工作室

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京市农林印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2010 年 6 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2010 年 6 月第一次印刷 印张:18 1/2

印数:1—4 000

字数:357 000

定价:32.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《有机化学实验》编委会

主 编 李 明 刘永军 王书文 于跃芹

编 委(按姓氏笔画排序)

于凤丽	于世涛	于永良	于跃芹	王明慧
王书文	王 磊	文丽荣	吕志国	刘永军
刘香兰	刘福胜	齐 燕	孙桂春	李风起
李 明	宋修艳	张晓茹	林润雄	胡文祥
胡志强	钟惠民	袁 冰	袁 瑾	温永红

前 言

本书是青岛科技大学化工类专业化学系列课程国家教学团队、山东省应用化学品牌与特色专业和山东省有机化学精品课程建设的一项研究成果,是 21 世纪工科类化学、化工及相关专业的有机化学实验教材。

随着有机化学实验技术的不断发展,现代分析方法在有机化学领域的广泛应用,有机化学实验教学内容、实验方法和手段的不断更新,特别是社会对人才培养的要求越来越高,原有的有机化学实验教材已远远不能满足和适应新世纪人才培养的需要。

为了适应 21 世纪化学、化工等学科发展的需要,培养学生既具有系统扎实的基础知识、实验技能,又具有一定的动手能力和思考能力,同时具有自我获得知识的能力和适应环境的能力,我们根据教育部关于化学、应用化学、化工、材料、环境科学和药学等专业“有机化学实验”教学内容和教育部对国家化学实验教学示范中心建设内容中对有机化学实验的基本要求,并结合多年的教学经验,参考国内、外有关实验教材和参考书,以“基础—综合—设计”为主线,组织编写了本书。

基础实验立足于让学生掌握常用仪器设备的基本使用方法、实验操作的基本技能以及相关学科实验的基本知识,培养学生通过科学实验研究问题的基本意识和思维习惯,确保学生能够规范、正确、熟练地进行基本实验操作。同时,基础实验内容还包括实验室的安全和注意事项、工具书的使用、常规仪器的使用、化学药品的性质、规格和使用等。

综合性实验是在学生具有一定基础知识和基本操作技能的基础上,运用某一课程或多门课程的综合知识,对学生实验技能和实验方法进行综合训练的一种复合性实验。综合性实验以系列串联实验为主,加强由常量—半微量—微量实验方法的演变,要求学生能综合应用所学知识及多种实验技能解决有一定难度的实验问题。

设计性实验应在基础和综合性实验技能的基础上展开,结合我校教师的科研课题,移植最新的科研成果,将较复杂、路线成熟的科研成果转化为教学资源,实施教学科研互动,突出综合能力培养和办学特色,有利于学生个性的全面发展和潜能的充分发挥,是实现素质教育的良好途径。

绿色化学实验是绿色化学的重要组成部分,本书增加了“绿色化学”实验内容,将绿色化学的原理运用到实验设计、实验条件的控制等方面,引入多组分反应、固体酸和固体碱催化、离子液体催化、酶催化、微波辅助合成等有机合成中的诸多新概念和新技术,有利于培养学生严谨的科学态度,增强环保意识。

本书内容编排从简单到复杂,由浅至深,实验内容的选择力求做到实践与理论的平衡、基础与前沿的平衡、经典与现代的平衡、个体为主操作与群体合作协调的平衡,体现基础性,突出综合性,加强实用性和趣味性。

书后附有常用有机试剂的纯化方法、常用试剂的恒沸物表、常用有机化合物的物理常数表、主要基团的红外特征吸收峰、核磁共振氢谱的化学位移等内容,可供相关化学工作

者参考和查阅。

本书是我校多年来有机化学实验教学改革与实践经验的总结。全书由李明、刘永军、王书文、于跃芹主编,袁瑾、王明慧、孙桂春、温永红、袁冰、宋修艳、于凤丽、张晓茹、胡志强、胡文祥、李风起、刘香兰、齐燕、文丽荣、于永良、钟惠民、王磊、于世涛、刘福胜、林润雄、吕志国等从事有机化学实验教学的老师参加了本书的编写。第1章由李明编写,其中“无水无氧操作技术”由刘永军编写;第2章由于跃芹编写,其中“红外吸收光谱法”由文丽荣编写,“核磁共振氢谱”由于永良编写;第3章由王书文编写;附录由袁冰编写;其余各实验的具体负责编写者均列在实验内容之后;全书由刘永军统稿。

青岛科技大学教务处、化学与分子工程院、化工学院和高分子材料与工程学院对本书的出版给予了极大的帮助和支持,南开大学杨华铮教授、兰州大学张自义教授、首都师范大学胡文祥教授、中国石油大学夏道红教授和青岛科技大学张书圣教授对本书的编写提出了宝贵的意见,在此表示衷心的感谢!

在编写过程中,参考了兄弟院校有机化学实验教材的内容,谨表谢意!

限于编者水平,本书疏漏之处在所难免,恳请读者不吝赐教。

编 者

2010年3月于青岛科技大学

目 录

前言

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 化学试剂的等级标准	1
1.3 安全基本知识	2
1.3.1 火灾、爆炸的预防及处理	2
1.3.2 中毒事故的预防及处理	2
1.3.3 其他事故的预防及处理	3
1.4 化学实验安全歌	3
1.5 常用玻璃仪器和应用范围	4
1.5.1 玻璃仪器	4
1.5.2 常用玻璃仪器的应用范围	5
1.5.3 标准磨口玻璃仪器	6
1.6 常用有机实验典型装置	7
1.7 常用仪器的清洗干燥和保养	10
1.7.1 仪器的洗涤	10
1.7.2 玻璃仪器的干燥	10
1.7.3 常用玻璃仪器的保养	11
1.7.4 仪器的装配	11
1.8 加热和冷却	12
1.8.1 加热	12
1.8.2 冷却	13
1.9 实验预习、记录和实验报告的基本要求	13
1.9.1 实验预习	14
1.9.2 实验记录	14
1.9.3 实验报告	14
1.9.4 实验报告示例	15
1.10 常用工具书和参考书	16
1.10.1 常用工具书	16
1.10.2 美国化学文摘	18
1.10.3 有机化学常用期刊和网址	19
1.11 综合性实验和设计性实验	21

1.12 绿色化学实验	22
1.13 无水无氧操作技术	23
1.13.1 双排管操作的实验原理	24
1.13.2 双排管实验操作步骤	25
1.13.3 玻璃仪器的洗涤干燥及橡皮材质的处理	25
1.13.4 惰性气体的净化	25
1.13.5 注射器针管技术	26
1.13.6 无水无氧操作简单装置	27
第 2 章 有机化合物物理常数测定及结构鉴定	29
2.1 熔点测定	29
2.1.1 原理	29
2.1.2 毛细管熔点测定法	30
2.1.3 温度计的校正	31
2.1.4 熔点测定仪	32
实验 1 熔点的测定	33
2.2 沸点测定	33
2.2.1 实验原理	33
2.2.2 测定方法	33
实验 2 沸点的测定	34
2.3 折光率的测定	35
2.3.1 原理	35
2.3.2 阿贝折光仪	35
2.3.3 实验操作	36
实验 3 测定水、乙醚、乙酸乙酯的折光率	37
2.4 旋光度的测定	38
2.4.1 原理	38
2.4.2 旋光仪	38
2.4.3 测定方法	39
实验 4 比旋光度的测定	39

2.5 红外吸收光谱法	40	3.6 升华	70
2.5.1 红外吸收光谱法基本原理 ..	41	3.6.1 基本原理	70
2.5.2 基团特征吸收频率及谱图解析 方法	43	3.6.2 实验操作	71
2.5.3 试样制备方法	44	3.7 干燥和干燥剂	72
2.6 核磁共振氢谱	45	3.7.1 基本原理	72
2.6.1 基本原理	45	3.7.2 气体的干燥	73
2.6.2 仪器设备简介	47	3.7.3 液体的干燥	73
2.6.3 样品制备	48	3.7.4 固体有机物的干燥	74
2.6.4 实验操作步骤简介	48	3.8 萃取与洗涤	76
2.6.5 核磁共振 ¹ H NMR 谱的解析	48	3.8.1 基本原理	76
第3章 有机化合物的分离和提纯	51	3.8.2 液-液萃取	77
3.1 蒸馏	51	3.8.3 化学萃取	78
3.1.1 实验原理	51	3.8.4 液-固萃取	78
3.1.2 实验装置	51	实验10 分离甲苯、苯胺、苯酚和苯 甲酸的混合物	78
3.1.3 实验操作	52	3.9 色谱法	79
3.1.4 特殊蒸馏——易凝固物质的 蒸馏装置	53	3.9.1 柱色谱	79
实验5 丙酮-水混合物的蒸馏	54	3.9.2 薄层色谱	82
3.2 简单分馏	54	实验11 甲基橙与亚甲基蓝的柱色谱 分离	86
3.2.1 原理	54	实验12 薄层色谱	86
3.2.2 仪器与装置	55	3.10 天然产物的提取	86
3.2.3 实验操作	55	实验13 茶叶中提取咖啡因	87
实验6 丙酮-水混合物的分馏	56	实验14 黄连中提取黄连素	89
3.3 水蒸气蒸馏	57	实验15 烟叶中提取烟碱	90
3.3.1 基本原理	57	实验16 槐花米中提取芸香苷	91
3.3.2 实验操作	58	第4章 有机化合物的制备与反应	94
3.3.3 改进的水蒸气蒸馏装置	59	4.1 烯烃的制备	94
实验7 苯甲酸乙酯的水蒸气蒸馏 ..	59	实验17 环己烯的制备	94
3.4 减压蒸馏	59	实验18 蒽烯的制备	96
3.4.1 基本原理	60	4.2 卤代烃的制备	98
3.4.2 操作步骤	61	实验19 正溴丁烷的制备	98
实验8 乙酰乙酸乙酯的蒸馏	64	实验20 溴乙烷的制备	101
3.5 重结晶	64	实验21 3-溴代环己烯的制备	103
3.5.1 基本原理	64	实验22 1-碘丁烷的制备	104
3.5.2 实验操作	65	4.3 醇和酚的制备	105
实验9 乙酰苯胺的重结晶	69	实验23 格氏反应及2-甲基-2-己醇 的制备	105

实验 24 1-苯乙醇的制备	108	实验 54 对氯甲苯的制备	162
实验 25 季戊四醇的制备	110	实验 55 甲基橙的制备	165
实验 26 对溴苯酚的制备	112	4.10 杂环化合物的制备	167
实验 27 双酚 A 的制备	114	实验 56 喹啉的制备	167
4.4 醚的制备	116	实验 57 8-羟基喹啉的制备	170
实验 28 乙醚的制备	116	实验 58 巴比妥酸的制备	172
实验 29 正丁醚的制备	118	实验 59 苯并咪唑的制备	174
实验 30 β -萘乙醚的制备	120	实验 60 苯并咪唑-2-硫酮的制备	175
实验 31 微波法制备 β -萘甲醚	122	实验 61 2-氨基喹啉的制备	177
4.5 脂肪族醛和酮的制备	123	实验 62 2-氨基-4,6-二甲基嘧啶的 制备	179
实验 32 水杨醛的制备	123	第 5 章 综合性化学实验	181
实验 33 环己酮的制备	125	实验 63 染料中间体——对硝基苯 胺的制备	181
实验 34 环戊酮的制备	127	实验 64 官能团保护:4,4-二苯基-3- 丁烯-2-酮的制备	182
实验 35 苯乙酮的制备	128	实验 65 相转移催化——7,7-二氯双 环[4.1.0]庚烷的制备	184
实验 36 苯亚甲基苯乙酮的制备	130	实验 66 维悌希反应——1,4-二苯基- 1,3-丁二烯(DPB)的制备	187
实验 37 茉莉醛的制备	132	实验 67 昆虫信息素——2-庚酮的 制备	189
4.6 芳香族硝基化合物的制备	133	实验 68 二茂铁及其衍生物的制备	191
实验 38 硝基苯的制备	133	实验 69 安息香缩合及其应用	194
4.7 胺类化合物的制备	135	实验 70 烯胺的合成及应用——7-氧 代辛酸的制备	197
实验 39 苯胺的制备	135	实验 71 2,4-二氯苯氧乙酸的制备	200
实验 40 间硝基苯胺的制备	136	实验 72 聚己内酰胺的制备	202
实验 41 邻氨基苯甲酸的制备	138	实验 73 5,5-二甲基-1,3-环己二酮 的制备	205
4.8 羧酸及其衍生物的制备	140	实验 74 多组分反应——取代咪唑 的制备	207
实验 42 苯甲酸的制备	140	实验 75 Biginelli 反应——3,4-二氢 嘧啶-2-酮的制备	209
实验 43 肉桂酸的制备	142	实验 76 1-苯基-3-甲基-5-氯-4-吡唑 醛的合成	213
实验 44 乙酰水杨酸的制备	143		
实验 45 乙酸乙酯的制备	146		
实验 46 乙酸正丁酯的制备	147		
实验 47 苯甲酸乙酯的制备	149		
实验 48 邻苯二甲酸二丁酯的制备	150		
实验 49 呋喃甲酸和呋喃甲醇的制 备	152		
实验 50 乙酰乙酸乙酯的制备	155		
实验 51 香豆素的制备	156		
实验 52 己二酸的制备	158		
实验 53 乙酰苯胺的制备	160		
4.9 重氮盐及其反应	162		

实验 77 3-烷基/芳基-4-氨基-5-巯基- 1,2,4-均三唑的制备	215	6.13 聚亚胺酮的合成	250
实验 78 哌嗪二酮类化合物的制备	217	6.14 多组分体系的指纹图谱 ...	251
实验 79 1-苯基-2-氰基-3-[N,N-双 (三甲基硅基)胺基]茚的 制备	219	6.15 硫化促进剂 NS 的合成研 究	254
实验 80 溴硝醇的制备	221	参考文献	256
实验 81 微波辐射有机合成反应 ...	223	附录	257
第 6 章 设计、研究性实验	229	附录 1 常用有机溶剂的纯化 ...	257
6.1 KF/Al ₂ O ₃ 催化剂在有机合 成中的应用	229	附录 2 实验室常用有机化合物的 物理常数	261
6.2 钐试剂在有机合成中的应用	231	附录 3 常见化学基团的红外光谱 特征吸收	268
6.3 负载型催化剂的制备及其在 有机合成上的应用	233	附录 4 常见基团质子的化学位移	271
6.4 固体酸催化马来酸酯类化合 物的合成	234	附录 5 常用干燥剂的性能与应用 范围	271
6.5 分子筛催化 2-甲氧基萘的弗 瑞德-克来福特酰基化反应 研究	236	附录 6 常用恒沸物组成	272
6.6 杂多酸催化	238	附录 7 常用溶剂极性	273
6.7 烷基萘磺酸盐表面活性剂的 绿色合成	240	附录 8 常用热浴液体介质及其使 用温度范围	274
6.8 偶氮染(颜)料的合成	243	附录 9 常用冷浴冰-盐混合物及 其最低温度	275
6.9 脂肪酶催化不对称水解合成 (S)-萘普生	244	附录 10 气体钢瓶的颜色	275
6.10 脯氨酸及其衍生物的合成 与应用	245	附录 11 锂、钠和钾的使用及处理	276
6.11 糖簇分子的设计与合成 ...	247	附录 12 常用易爆易燃物品的性 能及储藏条件的要求 ...	277
6.12 衣康酸类共聚物阻垢剂的 合成	248	附录 13 常见有毒化学药品及极 限安全值	278
		附录 14 有机类实验废液的处理 方法	281

第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验室规则

(1) 实验之前应认真预习有关实验内容,明确实验意义和所需解决问题,安排好实验计划,写好预习报告。

(2) 熟悉实验室的安全常识及设备的使用方法,爱护公物。

(3) 必须严格遵守实验室纪律和各项规章制度,不准迟到,更不准擅自离岗。

(4) 严格按照操作规程进行实验,胆大心细,听从实验教师和工作人员的指导,发生意外事故时,要镇定自若,不要惊慌失措,及时采取应急措施,并立即报告指导老师。

(5) 实验中应仔细观察,科学地、如实地做好实验记录,实验结束后经老师审阅记录本后方可离开实验室。

(6) 始终保持实验室的整洁和安静,做到桌面、地面、水槽、仪器“四净”,不得随意乱丢纸屑、药品、火柴棍和沸石等废弃物品。

(7) 轮流值日,值日生负责打扫和整理实验室,清倒废物缸,关好水、电、煤气和门窗,经教师检查后方可离去。

1.2 化学试剂的等级标准

化学试剂的等级标准有七种,即高纯、光谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯和化学纯,而国家和主管部门颁布具体标准要求的只有后三种。

(1) 优级纯,即一级品,适用于精密分析和科学研究工作。

(2) 分析纯,即二级品,纯度较一级略低,适用于重要分析工作。

(3) 化学纯,即三级品,纯度与二级品相差较大,适用于工矿、学校的一般分析工作。

因为不同等级的试剂标签的颜色不同(表1-1),所以根据标签的颜色就可以判断试剂的级别。

表1-1 化学试剂等级标志

	一级品	二级品	三级品		
试剂种类	优级纯, G. R. (guaranteed reagent)	分析纯, A. R. (analytical reagent)	化学纯, C. P. (chemical pure)	实验试剂, L. R. (laboratorial reagent)	生物试剂, B. R. (biological reagent)
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色或其他	黄色或其他
适用范围	纯度很高,适用于精密分析和科学研究工作	纯度仅次于一级品,适用于分析和科学研究工作	纯度较二级品差,适用于一般分析工作	纯度较低,宜用作实验辅助试剂	

1.3 安全基本知识

有机化学实验中所用药品种类繁多,且多具有易燃、易爆、有毒和强腐蚀性,若使用不当,就可能“引发”着火、爆炸、中毒、烧伤等事故。同时,实验中使用的玻璃仪器、煤气、电器等,因本身性质也增加了实验中一些潜在的危险性。但是,如果实验者懂得实验基本常识,掌握正确的操作方法,就能有效地维护人身和实验室的安全,避免事故的发生,确保实验顺利进行。

1.3.1 火灾、爆炸的预防及处理

预防火灾、爆炸的发生需注意以下几点:

(1) 防火基本准则:使火源尽可能远离易燃品。

(2) 明确防火基本原则后,就应避免着火事故的发生。例如,盛有易燃溶剂的容器不能靠近火源,应妥善保管;切勿用广口容器盛装和加热;尽量避免使用明火加热;数量较多的易燃品宜放在危险药品柜内;回流、蒸馏液体时,应加沸石防止暴沸,不可向热溶剂中加沸石,同时,切忌使装置形成密封体系,一定要与大气相通。

(3) 实验开始前应该检查仪器是否完好无损,装置是否“稳、妥、端、正”。注意检查装置的接口处是否漏气。

(4) 减压蒸馏时,应使用耐压容器如圆底烧瓶或抽滤瓶作接收器,不可使用锥形瓶。高压操作应经常注意釜内压力有无超过安全负荷。

(5) 使用易燃易爆气体(如乙炔和氢气)时,应保持室内空气畅通,严禁明火操作。

(6) 其他类型的化合物,如过氧化物、叠氮化物、多硝基化合物、干燥的重氮盐等具有爆炸性,使用时需要严格遵守操作规程。有些化合物,如醚类,久置后会生成过氧化物,需经特殊处理后方能使用。在蒸馏过程中切忌蒸干。金属钠、氢化铝锂在使用时切勿遇水,否则会发生燃烧,甚至爆炸。

(7) 要经常检查煤气开关、煤气橡皮管及煤气灯是否完好。

一旦发生火灾,应保持沉着、冷静、不要惊慌失措。应先关闭火源,拉下电闸,并迅速移去着火现场的易燃物。

有机物着火,通常不能用水扑灭,否则会使火焰蔓延,无异于“火上浇油”。常采用使用易燃物隔绝空气的办法,小火可使用湿布或棉布盖灭,决不能用口吹,若火势较大应根据具体情况采用相应的灭火器材。但无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心喷射,把灭火器对准火焰的底部。若衣服着火,切勿乱跑。小火可小心将衣服脱下将火熄灭,或用石棉布覆盖着火处。较严重时,应躺在地上打滚或用防火毯紧紧裹住使火闷熄。一定要注意避免让火烧向头部。烧伤严重时立即送医院治疗。

1.3.2 中毒事故的预防及处理

有机溶剂除易燃、易爆外,其另一特性就是毒性。例如,许多含氮有机物积于人体内使肝脏变质,引起肝硬化。经常接触苯或芳烃可能会造成白血病,乙醚是良好的麻醉剂,

吡啶能使人暂时乏力。曾有人说过：“有机溶剂的危险性与硫酸之类的腐蚀性不相上下，但有机溶剂以别的更为隐蔽的方式显示其危险性。”在明确某些有机物的毒性后，就应该学会预防。在正规、小心的操作下，有机溶剂不会造成任何健康问题。

中毒的预防应注意以下几点：

(1) 有毒的药品应认真操作，妥善保管，不许乱放，并有专人负责收发。实验完毕后的有毒残渣应妥善处理，不得乱丢！

(2) 使用挥发性有毒药品时，一定要在通风橱内进行。取完药品后应该随时盖上瓶盖。

(3) 应最大限度地减少与有毒药品的接触，尤其是直接接触，使用时应戴橡皮手套。切勿让毒品接触伤口。杜绝在实验室内吃东西！

(4) 如有头晕、恶心等中毒症状，应立即到空气新鲜的地方休息，严重者到医院治疗。万一发生中毒事故，要具体问题具体分析。

① 皮肤接触：宜用酒精擦洗，然后用肥皂和大量水洗。

② 吞下强酸：先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶。

③ 吞下强碱：先饮大量水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶。

④ 气体中毒：将患者移出室外，解开衣领及纽扣。若吸入少量氯、溴、氯化氢等气体者，可用碳酸氢钠漱口。

酸、碱中毒，都不要吃呕吐剂。

1.3.3 其他事故的预防及处理

(1) 割伤是实验室中经常发生的事故，常在拉制玻璃管或安装仪器时发生。割伤后，首先将伤口处玻璃屑取出，用水洗净伤口，涂以碘酒或红汞药水，用纱布包扎，严重者送医院治疗。

(2) 强酸、强碱等腐蚀性化学品触及皮肤时可引起皮肤烧伤，因此在使用时宜多加小心。万一被酸、碱或溴烧伤，应立即用大量水洗，然后再根据不同情况分别处理。

① 浓酸烧伤：用3%~5%碳酸氢钠溶液洗涤，涂烫伤药膏。

② 浓碱烧伤：用1%~2%硼酸或乙酸溶液洗涤，最后再用水洗。

③ 溴烧伤：用酒精擦至无溴液，然后涂上甘油或烫伤油膏。

(3) 使用电器时，应先检查实验装置或设备的金属外壳是否接好地线，插头接线是否完好，电线是否磨损。使用时先插上插头，接通电源，再开启仪器开关。实验过程中应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿物接触带电体。实验完毕后，先切断电源，再拔下插头。万一触电，应立即拉下电闸，切断电源，或用不导电物使接触者与电源隔离，然后对接触者进行人工呼吸并急送医疗单位抢救。

1.4 化学实验安全歌

水火无情，人命关天，安全第一，牢记心田。

一防水患，二防火险，三防爆炸，四防触电。

实验之前,准备在先,防护用品,一应俱全。
 实验之中,不得擅离,及时观察,预防突变。
 短暂离开,同伴照看,尤应注意,停水停电。
 加热过夜,最是危险,确需如此,要五保险:
 调压变压;使用继电;硅油热包,用作热源;
 不准回流,不开水冷;温度恒定,方可安眠。
 用水注意,水管紧连,水量勿猛,下班拔管。
 使用电器,先查电线,防止短路,防止漏电。
 慎用煤气,小心引燃,远离溶剂,远离实验。
 明火加热,通风在先。高压气瓶,放稳放远。
 氢气钢瓶,操作要严。家用冰箱,不适实验。
 箱内容器,一定盖严,要放平稳,务贴标签。
 剧毒试剂,专人领取,金属钾钠,存放专点。
 各种溶剂,勿贮太多,存于阴处,入夏尤然。
 残渣废液,不可入池,分门别类,各归其天。
 实验室内,保持整洁,不能用膳,不准抽烟。
 最后离室,是个关键,水电气窗,闸销复原。
 灭火用具,经常检查,急救药品,常备手边。
 遇有险情,先断电源,报警号码,随处可见。
 此歌唱完,认真实践,胆大心细,永保安全。

——摘自:秦勤.《大学化学》,1992,7(5):51.

1.5 常用玻璃仪器和应用范围

1.5.1 玻璃仪器

玻璃仪器示意如图 1-1 所示。



圆底烧瓶



三口烧瓶



分液漏斗



滴液漏斗



恒压滴液漏斗



图 1-1 玻璃仪器

1.5.2 常用玻璃仪器的应用范围

常用玻璃仪器的应用范围见表 1-2。

表 1-2 常用玻璃仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备注
圆底烧瓶	用于反应,回流、加热和蒸馏	
三口烧瓶	用于反应,三口可分别安装温度计、机械搅拌	

续表

仪器名称	应用范围	备 注
球型冷凝管	用于回流	
直型冷凝管	蒸馏或回流	140 ℃以下
空气冷凝管	蒸馏或回流	140 ℃以上
弯头	用于常压蒸馏,替代蒸馏头	
蒸馏头	用于蒸馏	
克氏蒸馏头	用于减压蒸馏	
尾接管(接引管)	用于蒸馏	
真空尾接管(真空接引管)	用于减压蒸馏	
刺形分馏柱	用于分馏	
温度计套管	用于套接温度计蒸馏	
梨形分液漏斗	用于分离、萃取、洗涤	
恒压分液漏斗	用于体系内有压力、可顺利加料	
大小头(小大头)	用于连接不同型号磨口仪器	
空心玻塞(磨口塞)	用于磨口瓶的塞子	
布氏漏斗	用于减压抽滤	瓷质
抽滤瓶	用于减压抽滤	不能直接用火加热
干燥管	装干燥剂用	
短颈玻璃漏斗	用于热过滤	
长颈玻璃漏斗	用于普通过滤或热滤	
锥形瓶	用于储存液体,混合溶液及少量液体的加热	不能用于减压蒸馏

1.5.3 标准磨口玻璃仪器

有机化学实验室玻璃仪器可分为普通玻璃仪器和磨口玻璃仪器。

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器,由于口塞尺寸具有标准化、系列化和通用化的特点,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所以使用起来尤为方便。使用标准接口玻璃仪器,既可免去配塞子的麻烦手续,又能避免反应物或产物被塞子粘污的危险,口塞磨砂性能良好,对蒸馏尤其减压蒸馏有利,对于毒物或挥发性液体的实验较为安全。

常用的标准磨口规格为 10、14、19、24、29、34、50 等多种。这里的数字指磨口最大端的直径(单位:mm),表明规格。有的标准磨口玻璃仪器用两个数字表示,如 10/30,10 表示磨口大端的直径为 10 mm,30 表示磨口的高度为 30 mm。相同数字的内外磨口可以互相套用。若两磨口编号不同,可借助大小头使其紧密相连。

使用磨口仪器可免去选塞、打孔等手续,又可避免因软木塞、橡皮塞不洁带来的污染。

但使用时,需注意以下事项:

- (1) 磨口表面必须清洁,否则,磨口对接不紧,导致漏气,同时,损坏磨口。
- (2) 使用磨口时一般不需涂润滑剂以免粘污产物。若反应中使用强碱,则需涂润滑剂以防粘连。减压蒸馏时,由于其所需真空度较大,宜在磨口处涂少许真空脂。
- (3) 装配时,宜注意“稳、妥、端、正”,使磨口连接处不受歪斜的压力,否则,常易将仪器折断。
- (4) 实验完毕,立即将仪器拆、洗干净。否则对接处会粘牢,以致拆、卸困难。
- (5) 装拆时应注意相对的角度,不能在角度偏差时进行硬性装拆,否则极易造成破损。

1.6 常用有机实验典型装置

做有机化学实验,首先应学会装配仪器。有机实验装置应根据不同的要求,利用磨口仪器或普通仪器进行组装,装备原则:先下后上,从左到右。

下面是一些典型的有机化学实验装置图。

1. 蒸馏装置

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。几种常用的蒸馏装置(图 1-2),可用于不同要求的场合。图 1-2(a)是最常用的蒸馏装置,由于这种装置出口处与大气相通,可能逸出馏液蒸气,若蒸馏易挥发的低沸点液体时,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,可用作防潮的蒸馏。图 1-2(b)是应用空气冷凝管的蒸馏装置,常用于蒸馏沸点在 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 1-2(c)为蒸除较大量溶剂的装置,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。

