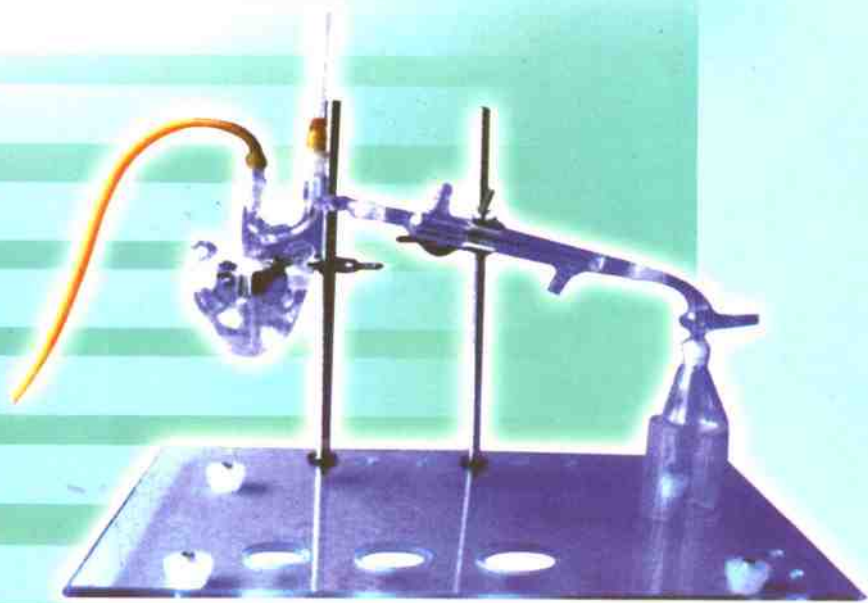


有机化学实验

张欣 易华 编著



哈尔滨地图出版社

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

张欣 易华 编著

哈尔滨地图出版社

· 哈尔滨 ·

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/张欣, 易华编著. —哈尔滨: 哈尔滨
地图出版社, 2005.10
ISBN 7-80717-169-3

I. 有… II. ①张… ②易… III. 有机化学-化学
实验 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 124745 号

哈尔滨地图出版社出版、发行
(地址: 哈尔滨市南岗区测绘路 2 号 邮编: 150086)

哈尔滨庆大印刷厂印刷

开本: 787 mm×1 092 mm 1/16 印张: 12.875 字数: 290 千字

2005 年 10 月第 1 版 2005 年 10 月第 1 次印刷

印数: 1~800 定价: 25.00 元

前 言

有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分，是开发学生的智力，掌握基本操作技能，增强动手能力，培养学生创新思维 and 创新能力，明确理论联系实际、实事求是、细致严谨的科学态度，提高学生综合素质的重要途径。

随着我国教育的不断深入，高等院校教学内容和课程体系的改革越来越引起人们的重视。有机化学实验伴随着时代的进步、科学技术的发展、实验仪器的不断改进、人们思维观念的更新和持续发展的客观要求，逐步实现绿色化。

本书是在“绿色化学”和“教育创新”思想的指导下，通过多年的实验在教学实践中不断修改和完善的。全书共由有机化学实验的基本知识、基本操作和实验技术、微型半微型有机化合物的合成、高分子合成及精细有机化合物制备、天然有机化合物的提取与制备、设计实验及参考课题等 6 部分组成。

本教材具有以下特点：

1. 加强基础操作训练，打好实验基础。
2. 将有机性质实验全部删除，节约资源，减少污染。
3. 增加贴近生活的适用性合成实验。
4. 实现实验资源循环再利用，进行多步合成的系列实验。
5. 增设综合性、设计性实验。
6. 实现有机化学实验的绿色化、微量和半微量化。
7. 紧跟科学研究新动态，自己设计实验装置，引进《大学化学》，推荐大学基础有机化学实验。

本书收集了一些新实验，这些新实验部分来自其它教材、教师的科研成果或文献。书中的所有实验都经过了实践的验证，在验证过程中，郭福阳、王天笑、史永利、王金奎、丛凌娟、苗文青等同学参加了验证实验，在此表示感谢。

书中错误和欠妥之处在所难免，望读者批评指正。

编 者

2005 年 10 月

目 录

第一章 有机化学实验的基本知识	1
第一节 有机化学实验课的培养目标	1
第二节 有机化学实验室规则	2
第三节 有机化学实验室安全知识	3
第四节 有机化学实验常用仪器及设备	8
第五节 玻璃器皿的洗涤、干燥和保养	18
第六节 有机化学反应的实施方法	20
第七节 有机化学实验的学习方法	27
第八节 常用的有机化学实验参考书和工具书	33
第二章 基本操作和实验技术	41
第一节 熔、沸点的测定	41
第二节 蒸馏	46
第三节 减压蒸馏	49
第四节 水蒸气蒸馏	53
第五节 分馏	56
第六节 萃取分离	59
第七节 重结晶及过滤	62
第八节 薄层色谱	68
第九节 柱色谱	71
第十节 折光率的测定	74
第十一节 旋光度的测定	77
第三章 微型半微型有机化合物的合成	81
实验1 环己烯	81
实验2 双烯合成 (Diels-Alder) 反应	84
实验3 1-溴丁烷	88
实验4 乙醇的生物合成	91
实验5 无水乙醇的制备	93
实验6 肉桂醇	96
实验7 正丁醚	98

实验 8 环己酮	101
实验 9 乙酰水杨酸(阿司匹林)	104
实验 10 苯甲醇及苯甲酸的制备	108
实验 11 4-对甲苯基-4-氧代丁酸的制备	111
实验 12 己内酰胺	114
实验 13 安息香缩合反应	117
实验 14 肉桂酸	120
实验 15 乙酸乙酯	123
实验 16 乙酰乙酸乙酯	126
实验 17 2-庚酮	130
第四章 高分子合成及精细有机化合物制备	133
实验 18 脲醛树脂的合成	133
实验 19 聚醋酸乙烯酯乳液的合成	136
实验 20 双酚 A	139
实验 21 氯化三乙基苄基铵(阳离子型表面活性剂)	141
实验 22 十二烷基二甲基甜菜碱(两性表面活性剂)	143
实验 23 N,N-二甲基十二烷基氧化胺的合成(特殊表面活性剂)	144
实验 24 雪花膏的配制	146
实验 25 洗发香波的配制	148
实验 26 洗洁精的配制	151
实验 27 通用液体洗衣剂	154
附:生活小常识——衣物清洗剂的配制	157
第五章 天然有机化合物的提取与制备	161
实验 28 从黄连中提取黄连素	161
实验 29 头发蛋白中氨基酸的分离和鉴定	163
实验 30 从橙皮中提取柠檬烯	168
实验 31 菠菜色素的提取及分离	171
实验 32 从槐花米中提取芦丁	174
实验 33 从茶叶中提取咖啡因	176
第六章 设计实验及参考课题	181
第一节 设计实验的意义和要求	181
第二节 设计实验的报告	181
第三节 设计实验参考题	182
附录	183
附录一 水的蒸气压(0~100℃)	183

附录二	常见共沸混合物	184
附录三	常用有机溶剂的纯化	186
附录四	常见有机物的危险性特征（以首字笔画为序）	188
附录五	常用有机化合物的物理常数	193
参考文献		197

第一章 有机化学实验的基本知识

第一节 有机化学实验课的培养目标

有机化学是一门以实验为基础，理论性和实践性并重的课程。有机化学实验在整个化学实验中占有十分重要的地位，是一门严格而又精细、综合性强的理论联系实际的学科；是培养学生工作能力的重要环节；是化学专业的必修课程。

随着有机化学实验技术的不断发展以及现代分析手段在有机化学领域的广泛应用，有机化学实验的内容和手段已经发生了较大的变化，但是有机化学实验的基础知识和基本操作仍然是有机化学实验的重要组成部分。因此，掌握有机化学实验的基本操作和基本技能，提高分析问题、解决问题的独立工作能力，对初学有机化学实验的学生来说尤其重要。

有机化学的发展同有机化合物的合成、分离提纯、鉴定等实验研究紧密相连。正是在大量实验研究的基础上，建立了有机化学的理论，形成了有机化学学科。因此，有机化学实验与有机化学理论教学是相互配合的，它也是有机化学教学的重要组成部分。

1. 学生通过基本实验的严格训练，能够规范地掌握有机化学实验的安全常识、基本技术、基本操作和基本技能。培养学生具有一定的动手操作能力。

2. 学习在实验室里合成、分离提纯有机化合物的常用方法和基本操作，掌握典型有机合成方法、相关定性鉴定、天然有机物的提取和分离。掌握基本的有机化学实验技术，并培养具备灵活运用这些技术的能力。

3. 通过综合实验，培养学生对典型合成方法和“三基”的综合运用能力。应用实验与科研和应用直接对接，拓宽学生视野，培养做实验的兴趣。

4. 培养良好的实验习惯和科学、严谨的工作作风，通过分析和解决实验问题，培养学生独立分析和解决问题的能力。

5. 配合课堂讲授，验证和巩固课堂讲授的基本理论和知识，并能举一反三，融会贯通，培养学生较强的自学能力和创新精神。

6. 培养学生正确观察、推理能力；缜密思考、诚实记录的科学态度和理论联系实际、严肃认真的良好工作习惯；以及由实验素材总结系统理论的思维方法。

7. 在设计实验中，通过启发性教学，使学生从课题入手，查阅文献资料、设计实验方案、实施实验及结果分析，得到解决有机化学问题和科研能力的初步锻炼和培养。

第二节 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,培养学生良好的实验方法和科学素质,保证教学质量,学生必须遵守有机化学实验室的规则:

1. 进入有机化学实验室之前,必须要熟悉和遵守实验安全总则。了解实验室的注意事项、有关规定以及事故处理办法和急救常识。

2. 做好实验前的准备工作。每次实验前,必须认真预习理清实验思路,了解实验中、所用药品的性质和可能引起的危害及相应的注意事项。掌握正确安装仪器的要点。写出实验预习报告,否则,不得进行实验。如果准备工作做好,不仅会使实验顺利进行,而且还能从实验中获得更多的知识。

3. 进入实验室时,应熟悉实验室、灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。仔细检查仪器是否破损,弄清水电开关标记。

4. 遵从教师的指导。每次实验装置装配完毕后,均应经指导教师检查,确认合格后方可开始操作。若要改变实验方案,必须事先征得指导教师的同意。

5. 实验中要精神集中,仔细观察实验现象,积极思考,时刻保持清醒的头脑,避免违规操作,忠实记录实验现象和实验数据,并时刻注意反应是否正常,有无破碎或漏气及其它隐患,及时排除各种事故隐患。不经老师许可,不得擅自离开实验岗位。

6. 禁止在实验室大声喧哗或做与实验无关的事情。禁止在室内吸烟、吃食品、喝水、咀嚼口香糖等。

7. 实验课开始后,先认真听指导教师讲解实验,然后严格按照操作规程安装好实验装置,经老师检查合格后方可进行下一步操作。药品的称量在老师指定的地方(一般在通风橱内)进行,称取完后,要及时将试剂瓶的盖子盖好,并将台秤和药品台擦净。不许将药品瓶拿至自己的实验台称取。

8. 应经常保持实验室的整洁。实验仪器放置要整齐有序,并保持实验桌面和地面等的整洁。不得将固体物或腐蚀性的液体倒入水槽,以保持水流畅通。实验后留下的有机物应倒入指定的收集器内;废酸、废碱应倒入废液缸中;废玻璃管和塞子应放在指定的地点,以备回收和处理。

9. 爱护国家财产,正确使用仪器与设备,公用仪器及器械用后应放回原处,损坏仪器应及时填写破损单,并按规定处理后及时补齐。节约使用水、电、药品和物品,注意有关物品的回收。

10. 实验室所有的药品不得携带出室外。所用剩余有毒药品要还给指导教师。

11. 实验结束后,把玻璃仪器洗净备用,并做好实验室的清洁工作。把水、电开关关闭。预习报告和实验记录经指导教师签字后,同学将产品回收指定瓶中。

公用仪器放在指定的位置。把自己的卫生区清理干净后,经老师许可方可离开实验室。实验后应及时写出符合规范的实验报告。

12. 每天的值日生负责实验室的整体卫生(水池、通风橱、台面、地面)、废液的处理、水电安全。经老师检查合格后,方可离去。

第三节 有机化学实验室安全知识

有机化学实验常使用大量的有机试剂和溶剂,这些有机物大多数易燃,有的有机物蒸气同空气的混合物还具有爆炸性,并且这些物质都不同程度地具有毒性和腐蚀性。例如,乙醇、乙醚、丙酮、苯及石油醚等易燃溶剂,乙炔及苦味酸等易爆的气体 and 药品,硝基苯及有机卤化物等有毒试剂,苛性钠、苛性钾、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、苯酚等腐蚀性药品。如使用不当,则可能发生着火、爆炸、中毒、烧伤等事故。因此,防火、防爆、防中毒是有机化学实验安全运行中突出的、主要的问题。而且,有机实验所用仪器多为玻璃制品,如不注意,不但会损坏仪器,还会造成割伤。所以,要防止割伤、烫伤等意外伤害事故的发生。在进行有机化学实验时,也应注意安全用电。事故的发生,往往是不熟悉药品和仪器性能、违反操作规程和麻痹大意所致。因此,只要我们经常重视安全问题,提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施,做好实验预习,坚守岗位,集中精力,事故是完全可以避免的。

一、防火常识

有机实验中所用的溶剂大多是易燃的,故着火是最可能发生的事故之一。防火就是防止意外燃烧。燃烧是一种伴有发热和发光的剧烈氧化反应,它必须同时具备下列三个条件:可燃物、助燃物(如空气中的氧气)和火源(如明火、火花、灼热的物体等),三者缺一不可。控制或消除已经产生的燃烧条件,就可以控制或防止火灾。

有机化学实验室常用的一些有机试剂和溶剂,它们的闪点很低,许多都属于一级易燃液体。某些有机物的闪点和沸点见表 1-1。

表 1-1 某些有机物的闪点和沸点

名 称	闪点/℃	沸点/℃	名 称	闪点/℃	沸点/℃
乙醚	-43	34.8	苯	-11	80.1
乙醛	-38	20.8	环己烷	-6	80.7
一硫化碳	-30	46.5	甲醇	11	64.8
丙酮	-18	56.5	乙醇	12	78.4
石油醚	-17	40~80			

闪点是液体表面上的蒸气和周围空气的混合物与火接触,初次出现蓝色火焰闪光时的温度。

它是表征液体可燃性的一个重要指标。显然,闪点越低,越容易发生燃烧;按我国规定,凡是闪点在45℃以下的液体,都属于易燃液体,其中闪点在28℃以下的,称为一级易燃液体。在28.1~45℃的称为二级易燃液体。

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂,加热方法不正确等。为了防止着火,实验中必须注意以下几点:

1. 实验室使用易燃液体时,应特别注意:周围环境必须避免明火;不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学试剂;对沸点低于80℃的液体,一般在蒸馏时应采用水浴加热,不能直接用火加热。

2. 在进行易燃物试验时,应将酒精一类易燃的物质搬开。尽量防止或减少易燃物气体的外逸。处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出。

3. 蒸馏装置不能漏气,如发现漏气,应立即停止加热,检查原因。接受瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器如三角烧瓶等。从蒸馏装置接受瓶出来的尾气的出口应远离火源。

4. 蒸馏或回流操作时,应特别注意:应先加沸石,以防止因暴沸引起意外。若在加热后才发现未加沸石,应停止加热,待被蒸馏的液体冷却后才能加入;瓶内液量不能超过瓶容积的2/3;加热速度宜慢,不能快,避免局部过热。

5. 实验操作中,应防止有机物蒸气泄漏出来。若要进行除去溶剂的操作,则必须在通风橱里进行。

6. 还应注意,易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中,应专门回收处理。

7. 有机化学实验室常用的明火源是煤气灯火焰和非封闭的电炉,它们都应远离易燃液体,远离盛有有机物的器具。

8. 还应注意,不要把未熄灭的火柴梗乱丢,不要在充满有机物蒸气的实验室里(这种情况常发生在存物料泄漏时)启动没有防爆设施的电器,以免引燃(爆)。对于易发生自燃的物质及沾有它们的滤纸,不能随意丢、以免造成新的火源,引起火灾。

9. 发现烘箱有异味或冒烟时,应迅速切断电源,使其慢慢降温,并准备好灭火器备用。千万不要急于打开烘箱门,以免突然供入空气助燃(爆),引起火灾。

二、灭火常识(火灾的处理)

实验室一旦发生着火,不要惊慌,应及时采取正确的措施,控制事故的扩大,首先,要立即关闭煤气及电源开关,移走易燃物,然后根据易燃物的性质和火势,采取适当的方法灭火。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,通常不能用水。否则,会引起更大火灾。火灾发生时,应迅速就近用黄沙、灭火器等灭火。

火情及灭火方法简介如下:

第一种:当装有可燃性物质的器皿着火时,用石棉布、表面皿、大烧杯等将其盖住,使之与空气隔绝而灭火,绝不能用口吹。

第二种：当衣服着火时，切勿奔跑，可用灭火毯裹住身体灭火；或者迅速脱下衣服；或者人在地上打滚，使之隔绝空气以扑灭火焰。

第三种：当油类着火时，用黄沙或灭火器灭火，或撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

第四种：地面或桌面着火时，若火势不大，可用淋湿的抹布或沙子灭火。

第五种：当电器着火时，应切断电源，然后用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器（这些灭火剂不导电），绝不能用水和泡沫灭火器灭火（水导电）。

第六种：火势较大，应采用灭火器灭火。二氧化碳灭火器是有机实验室最常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体。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、电器及其它较贵重的仪器着火时灭火。常用灭火器的性能见表 1-2。

表 1-2 常用灭火器的性能及特点

灭火器类型	药液成分	适用范围及特点
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭电器设备、小范围的油类及忌水的化学药品的着火
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于油类着火，但污染严重，后处理麻烦
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备、小范围的汽油、丙酮等着火。不能用于扑灭活泼金属钾、钠的着火，因 CCl_4 会强烈分解，甚至爆炸。在高温下还会产生剧毒的光气
干粉灭火器	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	适用于扑灭油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾
酸碱灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	适用于扑灭非油类和电器着火的初期火灾

有机化学实验室常用的灭火器是二氧化碳灭火器，它对扑灭轻微的火灾最为有效，而且也不损坏仪器，但它不能用来扑灭钠、钾、镁等金属及其氢化物引起的火灾。在使用二氧化碳灭火器时，注意不要被喷出的二氧化碳冻伤。

不管用哪一种灭火器，都是从火的周围向中心扑灭。需要注意的是：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，将会造成更大的火灾事故。

第七种：火势不易控制应立即拨打火警电话 119。

为了保证安全，有机化学实验室应备有黄沙、石棉布、灭火器等灭火用具，同

时在学生实验前告诉学生灭火用具的安放位置和使用方法。

三、防止爆炸

物质发生变化的速度不断急剧增加,并在极短时间内放出大量能量的现象称为爆炸。在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有三种情况:

第一种:易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时就具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气压达到某一极限时,遇到明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气都较空气的比重大,会沿着桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸内,更不能敞口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。

如醚类和汽油一类蒸气、氢气、乙炔、环氧乙烷等气体与空气混合达到一定比例时,会生成爆炸性混合物,遇明火即会爆炸。因此,使用上述物质时必须严禁明火。

第二种:某些化合物容易发生爆炸,如有机化合物中的过氧化物(例如乙醚、丙酮、二氧六环等)、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时均会发生爆炸。

含过氧化物的乙醚在蒸馏时也有爆炸的危险。在存放时很容易产生过氧化物,过氧化物爆炸性极强,在蒸馏过程中会诱发爆炸。因此,在这些物质蒸馏前,必须认真检查有无过氧化物存在。若有过氧化物,可加入硫酸亚铁的酸性溶液。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

对于易爆的固体,如芳香族多硝基化合物、干燥的重氮盐、叠氮化物、重金属的炔化物、硝酸酯等均是易爆物品,在使用和操作时应特别注意。不能重压或撞击,以免诱发爆炸,对于这些危险的残渣,必须小心销毁。如重金属的炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解,重氮化合物可加水煮沸使它分解,等等。

卤代烷勿与金属钠接触,因反应剧烈易发生爆炸。钠屑须放于指定位置。

第三种:仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

1. 使用易燃易爆物品时,应严格按照操作规程操作,要特别小心。
2. 实验时操作不当会引起玻璃仪器的爆裂。在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。
3. 常压操作时,不能造成密闭体系,应使装置与大气相通;要经常检查实验装置是否被堵塞,如发现堵塞应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续加热或反应。
4. 减压蒸馏时,不能使用不耐外压的玻璃仪器作为接受瓶或反应瓶(例如平底烧瓶和锥形烧瓶、薄壁试管等)。要用圆底烧瓶作接受器。
5. 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,蒸馏时要注意,不要将物料蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。对于放热量很大的合成反应(例如硝化反应),要小心翼翼地慢慢滴加物料,并注意冷却,同时,要防止因滴液漏斗的活塞漏液而造成事故。
6. 反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

表 1-3 常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限

名称	沸点 (°C)	闪燃点 (°C)	爆炸范围 (体积 %)
甲醇	64.96	11	6.72 ~ 36.50
乙醇	78.5	12	3.28 ~ 18.95
乙醚	34.51	-45	1.85 ~ 36.5
丙酮	56.2	-17.5	2.55 ~ 12.80
苯	80.1	-11	1.41 ~ 7.10

四、中毒的预防及处理

有机化学实验中,许多试剂都是有毒的。有毒物质往往通过呼吸吸入、皮肤渗入、误食等方式导致中毒。因此,预防中毒应做到:

1. 实验前要了解药品性能,称量时应使用工具、戴乳胶手套,尽量在通风橱中进行。特别注意的是,勿使有毒药品触及五官及伤口处。
2. 实验中涉及有毒的或刺激性强的气体的操作要在通风橱里进行。使用后的器皿应及时清洗。使用通风橱时,不要把头部伸入橱内。
3. 反应过程中可能生成有毒气体的实验应加气体吸收装置,并将尾气导至室外。
4. 应当避免手直接接触化学品,尤其严禁手直接接触剧毒品。用完有毒药品或实验完毕要用肥皂将手洗净。

假如已发生中毒,请按如下方法处理:

1. 溅入口中尚未咽下者应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物的性质给以解毒剂,并立即送医院救治。
2. 氰化钠沾及伤口后会随血液循环至全身,沾在皮肤上的有机物应当立即用大量清水和肥皂洗去,切莫用有机溶剂洗,否则只会增加化学药品渗入皮肤的速度。溅落在桌面或地面的有机物应及时清除去。
3. 腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒皆再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。
4. 刺激剂及神经性毒物:先给牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(约 30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院救治。
5. 吸入气体中毒者:将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

五、防止触电

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插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线,实验后应切断电源,再将连接电源插头拔下。

六、割伤的预防及处理

割伤大多由玻璃划伤引起,有机实验中主要使用玻璃仪器。使用时,最基本的原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。较小的割伤,用水洗涤伤口后涂上红汞水,如伤口中有玻璃碎片,应先把伤口处的玻璃碎片取出。若伤势不重,涂上红汞水或红花油,再用绷带包扎;若割伤较大,应立即用绷带扎紧伤口上部,压迫止血,并送医疗部门处理。

七、化学药品灼伤的预防及处理

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,应戴好防护手套和眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

无论是被酸还是被碱灼伤,首先应当用大量水冲洗伤处。

皮肤上:

1. 被酸灼伤的,先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液洗;
2. 被碱灼伤的,先用大量水冲洗,再用 1% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液洗。最后都用水洗后,涂上药用凡士林。
3. 被溴灼伤,应立即用大量水冲洗,再用酒精擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。
4. 被热水烫伤后,一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。
5. 被金属钠灼伤后,可见的小块用镊子移走,再用乙醇擦洗,然后用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

眼睛上:

酸、碱等溅入眼中后,应先抹去溅在眼睛外面的酸、碱,立即用大量水冲洗。若为酸,再用 1% 碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱,再用 1% 硼酸溶液中和冲洗;最后再用水洗。严重的应急送医疗部门。

衣服上:

酸再用稀氨水,碱再用 10% 醋酸溶液洗涤,最后用水洗涤。

八、烫伤

轻者可在伤处涂鞣酸膏、蓝油烃或玉树油等药剂,重者应急送医疗部门。

第四节 有机化学实验常用仪器及设备

在进行有机化学实验时,所用的仪器有玻璃仪器、金属用具、电学仪器及其它

一些仪器。了解实验所用仪器及设备的性能、正确的使用方法和如何保养,是对每一个实验者的最起码的要求。下面将分类进行介绍。

一、有机化学实验玻璃仪器

1. 玻璃仪器的有关知识

玻璃仪器一般是由软质玻璃和硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差,但是价格便宜。一般用它制作的仪器均不耐温,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝器等。

玻璃仪器一般又分为普通口和标准磨口两种。在实验室常用的普通玻璃仪器有非磨口锥型瓶、烧杯、普通漏斗、分液漏斗等。常用的标准磨口仪器有圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝器、接收管等。

标准磨口仪器根据磨口口径分为 10, 14, 19, 24, 29, 34 等号。相同编号的子口和母口可以连接。当用不同编号的子口和母口连接时,中间可以用一个大小口接头。当使用 14/30 这种编号时,表明仪器的口径是 14 mm,磨口长度是 30 mm。学生使用的常量仪器一般是 14, 19 和 24 号的磨口仪器,微型实验中采用 10 号磨口仪器。

2. 有机化学实验玻璃仪器使用时,注意事项:

(1) 使用时,轻拿轻放。

(2) 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶等。

(3) 不能用明火直接加热玻璃仪器,用电炉加热时应垫石棉网。

(4) 平底仪器如平底瓶、锥形瓶不耐压,不能用于减压系统。

(5) 广口容器不能贮放液体有机物。

(6) 玻璃仪器用完后,及时清洗干净,特别是标准磨口仪器放置时间太久,容易黏结在一起,很难拆开。如果发生此情况,可用热水煮黏结处或用热风吹母口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌敲打黏结处或使用微波。玻璃仪器最好自然凉干。带旋塞或具有塞子的仪器清洗后,应在塞子和磨口接触处夹放纸片或涂抹凡士林,以防黏结。

(7) 标准磨口仪器应经常保持洁净,标准口塞使用前用软布揩拭干净,不能粘有固体物质或棉絮。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。

(8) 装拆时应注意相对的角度,应做到横平竖直,磨口连接处不应受到歪斜的应力,以免仪器破裂。不能在角度偏差时进行硬性装拆。把磨口和磨塞轻微地对旋连接,不宜用力过猛。但不能装得太紧,达到润滑密闭即可。用后立即拆卸洗净。否则,对接处常会粘牢,以致拆卸困难。

(9) 一般使用时,磨口处无需涂润滑剂,以免粘有反应物或产物。但是反应中使用强碱时,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。当减压蒸馏时,应在磨口连接处涂润滑剂(真空脂),保证装置密封性好。

(10) 不能将温度计当作玻璃棒使用,用温度计时应注意不要用冷水洗热的温度

计, 以免炸裂, 尤其是水银球部位, 应冷却至室温后再冲洗。不能用温度计搅拌液体或固体物质, 以免损坏。

(11) 温度计打碎后, 要把硫磺粉洒在水银球上, 然后汇集在一起处理。不能将水银球冲到下水道中。

3. 有机化学实验玻璃仪器的正确选用

有机化学实验的各种反应装置都是由一件件玻璃仪器组装而成的, 实验中应根据要求选择合适的仪器。一般选择仪器的原则如下:

(1) 反应器的正确选择 长颈圆底烧瓶常用于水蒸气蒸馏实验; 三口烧瓶适用于带机械搅拌的实验, 而克氏蒸馏烧瓶则适用于减压蒸馏实验中。

(2) 烧瓶的选择 根据液体的体积而定, 一般液体的体积应占容器体积的 $1/3 \sim 2/3$, 进行减压蒸馏和水蒸气蒸馏时液体体积不应超过烧瓶容积的 $1/2$ 。

(3) 冷凝管的选择 直型冷凝管只适宜蒸馏沸点低于 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的物质, 当蒸馏物质的沸点高于 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 改用空气冷凝管, 以防温差较大时, 直型冷凝管受热不均匀而炸裂。至于球形冷凝管, 由于其内管冷却面积较大, 有较好的冷凝效果, 适用于加热回流实验, 但也不能冷却沸点高于 $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的物质。

(4) 漏斗的正确选用 分液漏斗常用于液体的萃取、洗涤和分离; 滴液漏斗用于需将反应物逐滴加入反应器中的实验; 布氏漏斗是瓷质的多孔板漏斗, 在减压过滤时使用; 小型多孔板漏斗用于减压过滤少量物质。

(5) 温度计的正确选择 实验室最常用的温度计是膨胀温度计, 它有酒精和汞温度计两种。一般备有 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 三种温度计, 根据所测温度可选用不同的温度计。一般选用的温度计要比被测温度高 $10 \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4. 常用的玻璃仪器图表

表 1-4 常用的玻璃仪器图表

序号	仪器图示	规格	用途	注意事项
1	 圆底烧瓶 茄形烧瓶	25 ml (14 [#]) 50 ml (14 [#]) 100 ml (19 [#])	用作反应瓶、回流装置及加热。25 ml, 50 ml 一般用作接收瓶	液体的体积应占容器体积的 $1/3 \sim 2/3$, 减压和水蒸气蒸馏时不应超过瓶容积的 $1/2$
2	 三口烧瓶	50 ml (19 [#] ; 14 [#] ×2) 100 ml (19 [#] ; 14 [#] ×2) 250 ml (19 [#] ; 14 [#] ×2)	用作反应瓶, 三口可分别安装搅拌器、冷凝管、温度计等	同上