



高等学校理工科基础化学“十一五”规划教材

有机化学实验

庞金兴 袁 泉 主编



武汉理工大学出版社

014037420

062-33
132

高等学校理工科基础化学“十一五”规划教材

有机化学实验

庞金兴 袁 泉 主 编
刘 军 黄红明 副主编



062-33
132

武汉理工大学出版社
· 武汉 ·



北航

C1725407

内容提要

本书是针对高等工科院校化学化工及近化学化工类专业人才培养需要编写而成的。全书分为有机化学实验基本知识、有机化学实验基本操作、基础有机合成实验、天然有机化合物的提取与分离、有机综合实验与设计性实验、有机合成新方法新技术实验和附录 7 个部分。

本书可作为工科院校化学、化工、应用化学、制药、生物技术、材料科学、环境科学、环境工程及其他近化学化工类专业的有机化学实验课程教材,也可供其他相关专业参考和选用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/庞金兴,袁泉主编. —武汉:武汉理工大学出版社,2014. 1

ISBN 978-7-5629-4328-0

I. 有… II. ①庞… ②袁… III. 有机化学-化学实验 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 313146 号

项目负责人:吴正刚

责任编辑:吴正刚

责任校对:丁 冲

装帧设计:许伶俐

出版发行:武汉理工大学出版社

社 址:武汉市洪山区珞狮路 122 号

邮 编:430070

网 址:<http://www.techbook.com.cn>

经 销:各地新华书店

印 刷:湖北恒泰印务有限公司

开 本:787×1092 1/16

印 张:11.25

字 数:288 千字

版 次:2014 年 1 月第 1 版

印 次:2014 年 1 月第 1 次印刷

印 数:1—3000 册

定 价:18.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等印装质量问题,请向出版社发行部调换。

本社购书热线电话:027—87785758 87391631 87165708(传真)

• 版权所有 盗版必究 •

前 言

科学技术的进步使有机化学实验新方法、新技术不断涌现,教学改革逐步深化和学科建设的不断发展,对教学质量和教学水平要求逐渐提高。为了适应高等工科院校化学、化工及近化学化工类相关专业高素质、创新型人才培养的需要,组织编写了本教材。

全书分为有机化学实验基本知识、有机化学实验基本操作、基础有机合成实验、天然有机化合物的提取和分离、有机综合实验及设计性实验、有机合成新方法新技术实验和附录7个部分。

本书的编写坚持以半微量化、绿色化、精练和实用为原则,以培养学生有机化学实验基本操作技能、创新能力和综合素质为宗旨,编入的41个实验不仅涵盖了有机化合物常规制备方法和分离技术,能够达到工科各相关专业有机化学实验课程教学的培养目标,而且适时跟踪有机合成新方法、新技术及有机合成绿色化方法和技术,使本书具有较好的时代感和广泛的适应性。实验所采用的原料来源广泛,实验条件容易实现,趣味性强,在注重培养学生动手能力、创新能力和综合素质的同时,强化学生对可再生资源综合利用的意识及有机合成绿色化的环保理念。

参加本书的编写人员(按编写内容先后顺序)有:武汉理工大学黄红明副教授(第1、2章);庞金兴教授(第3、4章);刘军教授(第5章及附录1、6、7、8);袁泉副教授(第6章及附录2、3、4、5)。全书由庞金兴教授负责统稿。武汉理工大学化学教学实验中心及有机化学教研室的全体老师对本书的编写提出了许多宝贵意见和建议,编写过程中参阅了一些兄弟院校教材的内容,在此一并表示由衷的感谢。

由于编者水平所限,书中疏漏和欠妥之处在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

2013年12月于武汉理工大学

目 录

第1章 有机化学实验基本知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室安全	1
1.3 有机化学实验常用仪器和设备	7
1.4 有机化学实验预习、记录和实验报告	17
1.5 有机化学文献简介	18
第2章 有机化学实验基本操作	23
2.1 简单玻璃工操作	23
2.2 加热和冷却	25
2.3 干燥和干燥剂的使用	26
2.4 液体的回流及搅拌	29
2.5 有机化合物物理常数的测定	31
2.6 萃取和洗涤	40
2.7 蒸馏及分馏	43
2.8 水蒸气蒸馏	48
2.9 减压蒸馏	50
2.10 重结晶及过滤	53
2.11 升华	57
2.12 色谱法	59
2.13 有机化学实验新技术和新方法	64
第3章 基础有机合成实验	80
实验1 环己烯的制备	80
实验2 反-1,2-二苯乙烯的制备	81
实验3 正溴丁烷的制备	83
实验4 三苯甲醇的制备	84
实验5 正丁醚的制备	86
实验6 环己酮的制备	88
实验7 4-苯基-2-丁酮的制备	89
实验8 苯亚甲基苯乙酮的制备	91
实验9 己二酸的制备	92

实验 10	肉桂酸的制备	93
实验 11	乙酰水杨酸的制备	95
实验 12	苯甲酸乙酯的制备	96
实验 13	邻苯二甲酸二正丁酯的制备	98
实验 14	乙酰苯胺的制备	99
实验 15	乙酰乙酸乙酯的制备	101
实验 16	乙酰二茂铁的制备	103
实验 17	内型双环[2.2.1]-2-庚烯-5,6-二羧酸酐的制备	105
实验 18	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	107
实验 19	甲基橙的制备	108
实验 20	8-羟基喹啉的制备	110
第 4 章	天然有机化合物的提取与分离	113
实验 21	从茶叶中提取咖啡因和茶多酚	113
实验 22	绿色植物中色素的提取和分离	116
实验 23	从红辣椒中提取红色素	118
实验 24	从果皮中提取果胶	119
实验 25	从黄连中提取黄连素	121
实验 26	从烟叶中提取烟碱	122
第 5 章	有机综合实验及设计性实验	124
实验 27	香豆素-3-羧酸的制备	124
实验 28	2,4-二氯苯氧乙酸丁酯的制备	125
实验 29	银杏叶中黄酮类化合物的提取及含量分析	128
实验 30	苦杏仁酸的制备及外消旋体的拆分	130
实验 31	苯佐卡因的制备	133
实验 32	鲁米诺的合成及化学发光	135
实验 33	设计性实验	137
第 6 章	有机合成新方法新技术实验	140
实验 34	微波法制备乙酰水杨酸	140
实验 35	微波法制备 9,10-二氢蒽- α,β -马来酸酐	141
实验 36	超声法制备二苯并-18-冠-6	142
实验 37	β -环糊精选择性催化氧化制备对甲氧基苯酚	143
实验 38	无溶剂条件下 7-羟基-4-甲基香豆素的制备	144
实验 39	无溶剂条件下查耳酮 ALPHA 环氧化物的制备	145
实验 41	电化学法制备对苯二胺	148

附 录.....	150
附录 1 基础有机合成实验实验报告样本	150
附录 2 常见原子相对质量速查表	153
附录 3 常用有机溶剂的纯化	153
附录 4 水的饱和蒸汽压(0~95 ℃)	157
附录 5 常用有机化合物的物理常数	158
附录 6 实验室常用酸碱浓度	161
附录 7 常见的共沸混合物	164
附录 8 有机化学实验复习题	165
参考文献.....	169

第1章 有机化学实验基本知识

有机化学实验是有机化学学科的基础,是有机化学教学的重要组成部分。有机化学实验教学的目的是通过实验使学生掌握实验基本操作和技能,培养学生正确使用仪器、认真记录实验数据和现象、取得正确实验结果的能力以及分析和解决实验中所遇到问题的能力。有机化学实验也是培养学生理论联系实际的作风、实事求是的科学态度以及创新能力的一个重要环节。

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,培养良好的实验习惯和严谨的科学态度,并保证实验课的教学质量,学生必须遵守有机化学实验室的下列规则:

(1)每次做实验前,必须认真预习有关实验的内容及相关的参考资料。明确实验的目的和要求,了解实验原理、反应特点、实验中的关键步骤、注意事项以及所用药品的性质和可能发生的事故等问题。按要求写好实验预习报告,没有达到预习要求者,不得进行实验。

(2)学生进入实验室后,首先要了解实验室水、电、气的开关位置和灭火器摆放的地点及使用方法,熟悉实验室环境,掌握灭火、防护和急救的相关知识。

(3)必须遵守实验室各项规章制度,听从实验指导老师和实验室管理人员的安排。注意安全,一旦有意外事故发生,要立即请老师处理。

(4)严格按照实验操作步骤进行实验。如需改变药品用量和实验步骤以及因操作失败需重做者,必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象,如实做好记录,积极思考,不做与实验无关的事。按时写出符合要求的实验报告。

(5)不能穿拖鞋、凉鞋、背心、短裤等进入实验室,应穿工作服以保护身体,必要时戴护目镜。实验过程中不得大声喧哗、打闹,不得擅自离开实验室。实验室内不能吸烟和吃饮食物。

(6)应经常保持实验室的整洁,做到仪器、桌面、地面和水槽四净。实验装置要规范、美观,符合实验要求。固体废弃物及废液应倒入指定地方,统一处理和回收。

(7)要爱护公物。自管仪器用后必须洗干净,妥善收藏,公用仪器和药品应在指定地点使用,药品取用后及时盖好盖子并放回原处。注意节约水、电和药品。仪器如有损坏要及时登记予以补发,并按制度赔偿。不得私自将实验室的药品、仪器带出实验室。

(8)实验结束后,个人负责自己实验台面的卫生,清洗、整理仪器。值日生负责整理公用仪器、药品,打扫实验室卫生,关好水、电、气、门窗,经实验室管理人员检查合格后才能离开实验室。

1.2 有机化学实验室安全

有机化学实验经常用到一些有毒(如氰化钠、硝基苯等)、易燃(如苯、丙酮、乙醚等)、易爆(如乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸)和有腐蚀性(如浓硫酸、浓硝酸、烧碱等)的药品,这些

药品使用不当就有可能发生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。有机化学实验所用的仪器大部分是玻璃制品,易碎、易裂,容易发生割伤等事故;另外,电气设备、煤气及酒精喷灯等,如果使用不当,容易引起触电或火灾。因此,必须认识到化学实验室是具有潜在危险的场所。只有重视安全问题,加强安全措施,提高警惕,不麻痹大意,严格执行操作规程,才能有效地避免事故的发生,维护人身和实验室的安全,确保实验得以顺利进行。

1.2.1 实验室安全守则

(1)实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否安装正确,在征得指导教师同意之后,才可进行实验。

(2)实验进行时,应仔细观察、认真思考,如实记录,不得离开岗位,要时刻注意反应进行的情况是否正常和装置有无漏气和破裂等现象,以便及时排除各种事故隐患。

(3)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,如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等,有的实验应在通风橱内进行。

(4)使用易燃、易爆药品时,应远离火源。不得用明火在敞口容器中加热易燃、易挥发药品。实验试剂不得入口。实验结束后要洗手。

(5)熟悉安全用具如灭火器材、砂桶以及急救药箱的放置地点和使用方法,并爱护它们。安全用具和急救药品不准移作他用。

(6)常压蒸馏、回流和反应,禁止在密封体系中操作,系统一定要保持与大气相接通。

1.2.2 实验室事故的预防

1.2.2.1 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,而且多数有机反应往往需要加热,因此着火是有机实验室常见的事故之一。

防火应遵循以下基本原则:

(1)应使易燃药品与火源尽可能离得远些;采取各种措施防止有机溶剂的蒸气外泄,尽量不用明火加热,在使用明火时,应养成先将易燃药品移开的习惯。可燃的蒸气遇明火易引起燃烧,易燃溶剂更不能直接倒入废物缸。

(2)切勿在敞口容器中(如烧杯、蒸发皿)存放、加热或蒸除易燃溶剂(如乙醇、乙醚、乙酸乙酯等);加热时必须选择正确的加热方法,切勿使容器密闭,仪器装置要有与大气相通之处,否则,会造成爆炸;量取或转移易燃溶剂时应远离火源,量大时最好在通风橱中进行,倾倒后应立即把试剂瓶盖盖好;实验室冰箱内不得存储过量易燃有机溶剂,防止冰箱电火花引起爆炸而发生大面积着火、爆炸;燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等不得乱抛乱掷,更不得丢入废物缸中。否则,会发生危险事故。

(3)蒸馏装置不能漏气,如发现漏气时,应立即停止加热,检查原因。接收瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器如锥形瓶等。蒸馏易燃易挥发物质时,接液管排尾气的出口应远离火源,最好用橡皮管引入下水道或室外。

(4)用油浴加热蒸馏或回流时,必须注意,避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因,主要是橡皮管与冷凝管套接不紧密,开水阀过快,水流过猛致使橡皮管滑脱下来,或者由于套接不紧而漏水。所以,要求橡皮管套接冷

凝管侧管时要紧密,开动水阀时也要动作缓慢,使通入冷凝管内的水流缓慢通过。

(5)有机低沸点易燃溶剂,在室温时即具有较大的蒸气压,并且有机蒸气相对密度比空气大,会下沉流动聚集于地面低洼处,当空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到一定浓度时,遇到明火、电火花等会发生燃烧爆炸(表 1-1 为常用易燃溶剂蒸气爆炸极限)。

表 1-1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名称	沸点/℃	闪燃点/℃	爆炸极限(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

1.2.2.2 爆炸的预防

有机化学实验室里预防爆炸的一般措施如下:

(1)仪器装置必须安装正确,全套装置不能是密闭体系,应有某一处与大气相通;减压蒸馏时,应选用圆底烧瓶或吸滤瓶作为接收瓶,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶,否则易发生炸裂;无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸;加压操作时应经常注意釜内压力有无超过安全负荷,选用封管的玻管厚度是否适当、管壁是否均匀,并要有一定的防护措施。

(2)切勿使易燃易爆的气体如氢气、乙炔等接近火源(表 1-2 为易燃气体爆炸极限)。有机溶剂如醚类和汽油一类物质的蒸气与空气相混时极其危险,当达到爆炸极限时,可能会由敲击、摩擦、静电和电器开关等产生的火花而引起爆炸。使用时要开启门窗,保持室内空气流通,严禁明火,并防止火花产生。

表 1-2 易燃气体爆炸极限

气体	空气中的含量(体积%)
氢气(H_2)	4~74
一氧化碳(CO)	12.50~74.20
氨(NH_3)	15~27
甲烷(CH_4)	4.5~13.1
乙炔($CH\equiv CH$)	2.5~80

(3)在加热或蒸馏醚类化合物如乙醚、四氢呋喃之前,一定要检查是否有过氧化物存在,若有,可用亚硫酸氢钠或硫酸亚铁除去过氧化物,再进行蒸馏。蒸馏时切勿蒸干,并且使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(4)某些类型的有机化合物如叠氮化合物、过氧化物、多硝基化合物等具有爆炸性,必须按照操作规程进行实验。例如重金属乙炔化物、干燥的重氮盐、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击,以免引起爆炸。某些危险的残渣,必须小心销毁。例如,重金属乙炔化物可用稀盐酸或稀硝酸使它分解,重氮化合物可加水煮沸使其分解等等。

(5)卤代烷勿与金属钠接触,因反应剧烈易发生爆炸。钠屑必须放在指定的地方。并且金

属钠、氯化铝锂等在使用时切勿遇水,遇到水后会剧烈燃烧爆炸。

(6)某些剧烈放热反应,操作时应特别小心。例如有些氧化反应急剧放热,热量和压力突然猛增易引起爆炸。对于这类反应,要严格控制加料速度,并采取有效的冷却措施,使反应缓慢进行。

1.2.2.3 中毒的预防

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成伤害。许多化合物对人体有不同程度的毒害,在没有真正了解某一化合物的性质之前,应作为有毒物质来对待处理。因此,预防中毒应做到如下几点:

(1)剧毒药品应妥善保管,不许乱放,实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用毒物者指出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须做妥善而有效的处理,不准乱丢。

(2)称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是有毒药品。称量时不要沾污其他地方,应及时清洗用过的器皿。有些剧毒物质会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后应立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重的会造成中毒死伤事故(表 1-3 所示为相对急性毒性的五个等级)。

(3)试剂取完后立即盖好盖子,以防止其蒸气大量挥发,并保持空气流通,使空气中有毒气体的浓度降至允许浓度以下。在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行。在使用通风橱时,实验开始后不要把头部伸入橱内。

表 1-3 相对急性毒性的五个等级

毒性级 别名称	LD ₅₀ /mg · kg ⁻¹ (大鼠经口)*	LC ₅₀ /μg · g ⁻¹ * (大鼠吸入)**	LD ₅₀ /mg · kg ⁻¹ (兔涂皮时)	对人体可能致死量	
				每千克体重量 /g · kg ⁻¹	总量 /g · (60kg 体重) ⁻¹
剧毒	<1	<10	<5	<0.05	0.1
高毒	1~50	10~100	5~44	0.05~0.5	3
中等毒	50~500	100~1000	44~350	0.5~5	30
低毒	500~5000	1000~10000	350~2180	5~15	250
微毒	>5000	>10000	>2180	>15	<1000

* LD₅₀为半数致死量。指被试动物(大、小白鼠等)一次口服、注射或皮肤涂抹药剂后产生急性中毒而有半数死亡所需该药剂的量。

** LC₅₀为半数致死浓度。

(4)如果打破水银温度计、压力计,应及时报告实验室管理人员,请他们尽可能设法回收洒落的汞,残留汞可用三氯化铁或硫磺粉处理。

实验中如有头晕、恶心、窒息等轻微中毒症状,应停止实验,立即到空气清新的地方休息,严重者送医院治疗。

1.2.2.4 触电的预防

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接地。实验后应切断电源,再将连接电源的插头拔下。实验时要注意观察电源是否发热、发烫,是否有糊味气体散发和实验室内是否有电气材料老化等现象。若发现异常,及时报修,防止意外的发生。如万一发生触电,应立即切断电源或者使触电者脱离电源,然后对触电者实施人工呼吸并送医院抢救。

1.2.3 事故的处理和急救

1.2.3.1 火灾的处理

实验室一旦失火,应保持沉着冷静,不要惊慌失措,并立即采取各种相应措施,以减少事故损失。在场人员应积极有序地参与灭火,一般采用如下措施:一方面防止火势蔓延,立即关闭煤气灯,熄灭附近所有的火源,拉下电闸,切断电源,迅速移开附近的易燃物质;另一方面立即灭火,有机化学实验室灭火常采用隔绝空气法,一般不用水灭火,否则,由于有机液体浮于水面随水漂流分散,反而使火势蔓延。少量溶剂(几毫升)着火,若火势小,不能用口吹,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来盖熄。如在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内),可盖上石棉板或湿布,使之隔绝空气而熄灭。火势较大时,千万不能用水浇,应根据具体情况采用下列灭火器材:

(1)泡沫灭火器

泡沫灭火器的灭火液由硫酸铝、碳酸氢钠和甘草精组成。适用于扑灭桶装油品、管线、地面的火灾,不适用于电气设备和精密金属制品的火灾。

(2)干粉灭火器

钢瓶内装有干粉剂和二氧化碳。干粉主要是由碳酸氢钠、滑石粉、云母粉和硬脂酸组成。适用于扑灭油罐区、库房、油泵房、发油间等场所的火灾,不适用于精密电气设备的火灾。

(3)1211 灭火器

1211 灭火器也称为卤代烷型灭火器,装有二氟一氯一溴甲烷灭火剂,它是在氮气压力下以液态灌装在钢瓶里。使用时,拔掉安全销,用力紧握压把启开阀门,即可喷出,射向火焰,使火焰熄灭。广泛用于扑救各种场合下的油品、有机溶剂、可燃气体、电气设备、精密仪器等火灾。

对于有机溶剂、油浴等着火,绝对不能用水浇,防止火焰扩展,要用砂或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

如果电器着火,首先应先切断电源,再用灭火器灭火。但绝不能用水和泡沫灭火器灭火,因为水能导电,会使人触电。

如果衣服着火,切勿奔跑,而应立即就地打滚,邻近人员可用毛毡或防火毯一类东西盖在其身上,使之隔绝空气而熄灭或者打开附近的自来水,用水扑灭。

总之,失火时应根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的方法灭火。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭,把灭火器的喷出口对准火焰的底部。在抢救过程中切勿犹豫。

1.2.3.2 中毒的处理

溅入口中尚未咽下的毒物应立即吐出来,并用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据毒物的性质服解毒剂,并立即送医院急救。

(1)腐蚀性毒物

对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮大量的水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都要再灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

(2)刺激性及神经性中毒

先服牛奶或鸡蛋白使之缓和,再服用硫酸镁溶液(约 30 g 溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸入喉部催吐,然后立即到医院就诊。

(3)吸入气体中毒

将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣,吸入大量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

在使用贴有危险品警示图标 of 药品和设施时,要特别小心。常见的危险品警示图标如图 1-1 所示。



图 1-1 常见的危险品警示图标

1.2.3.3 创伤的处理

(1)玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故,常在玻璃仪器使用不当造成破损及玻璃管或温度计插入塞子时发生。受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎片,如有,应先取出。若伤势不重,用蒸馏水或双氧水洗后,涂上红药水、万花油,用创可贴或纱布包扎;若伤口严重、流血不止时,可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧或按住动脉防止大量出血,并随即到医院就诊。

(2)药品的灼伤

当强碱、强酸及腐蚀性物质接触了人的皮肤、眼睛等时,可能出现药品灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

①酸灼伤

皮肤——立即用大量水冲洗,然后用 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗涤,再用水洗,涂上氧化锌软膏或硼酸软膏,并将伤口扎好。

眼睛——抹去溅在眼睛外面的酸,立即用大量水冲洗,用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用水对准眼睛慢速冲洗后,再用 3% 硼酸溶液冲洗眼睛,然后用蒸馏水冲洗。

衣服——依次用水、稀氨水和水冲洗。

地板——撒上石灰粉,再用水冲洗。

②碱灼伤

皮肤——先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或 2% 醋酸溶液洗涤,再用水冲洗,涂上油膏,并包扎好。

眼睛——抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用 3% 硼酸溶液洗涤,然后用蒸馏水冲洗。

衣服——先用水洗,然后用 10% 醋酸溶液洗涤,再用氢氧化铵中和多余的醋酸,随后用水冲洗。

③溴灼伤

如溴弄到皮肤上时,应立即用水冲洗,再用乙醇或 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤至伤口呈白色,然后用蒸馏水洗净,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包好。如眼睛受到溴蒸气刺激,暂时不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

④烫伤

高温、低温(如干冰)都可使皮肤烫伤。烫伤后立即涂以万花油或烫伤油膏。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在简单的急救之后,应速送医院诊治。

1.2.3.4 急救用具

消防器材:泡沫灭火器、干粉灭火器、1211 灭火器、砂、石棉布、毛毡、棉胎和淋浴用的水龙头。

急救药箱:碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、2%醋酸溶液、1%~5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、创可贴、玉树油、烫伤油膏、万花油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.3 有机化学实验常用仪器和设备

有机化学实验常用的仪器和设备包括玻璃仪器、金属用具、小型机电设备及一些其他的设备。了解有机化学实验中所用仪器的性能和用途,选择适当的仪器并正确地使用仪器,是对每一个实验者最起码的要求。

1.3.1 常用玻璃仪器

玻璃仪器按材质一般分为软质玻璃仪器和硬质玻璃仪器。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差,但价格便宜。因此,一般用它制作普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等,软质玻璃制作的仪器均不耐温。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、冷凝管等。

实验室常用玻璃仪器一般分为普通玻璃仪器和标准磨口仪器两类。常用玻璃仪器如图 1-2 和图 1-3 所示。

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。仪器的开口处按照国际统一的尺寸和锥度磨制而成。标准磨口的锥度(即磨口大端直径与小端直径的差值除以磨口的高所得的商值)为 $1/10$,半锥角为 $2^\circ 51' 45''$ 。由于口塞尺寸的标准化、系统化,磨砂密合,凡属于同类规格的内外磨口、磨塞仪器可以相互连接,使用既省时方便又严密安全,它将逐渐取代同类普通仪器。当不同规格的磨口仪器无法直接组装时,可使用大小口转接头使之连接起来。使用标准磨口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦,又能避免反应物或产物被塞子沾污;口塞磨砂配合密闭性好,对蒸馏尤其减压蒸馏有利,对于有毒或挥发性液体的实验也较为安全。

标准磨口玻璃仪器,均按国际通用的技术标准和规格制造。当某个部件损坏时,容易配置和选购。

标准磨口仪器的规格用磨口最大端直径的毫米整数来表示。常用的有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等。



圆底烧瓶



梨形烧瓶



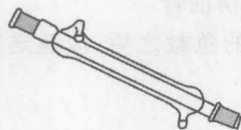
二口烧瓶



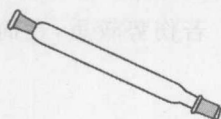
三口烧瓶



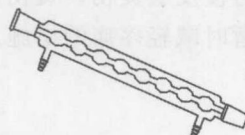
锥形瓶



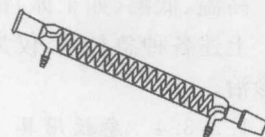
直形冷凝管



空气冷凝管



球形冷凝管



蛇形冷凝管



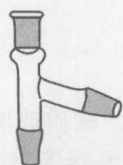
分液漏斗



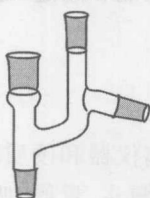
恒压滴液漏斗



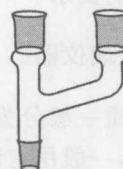
滴液漏斗



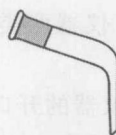
蒸馏头



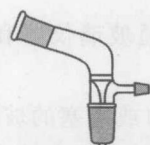
克氏蒸馏头



Y形管



接液管



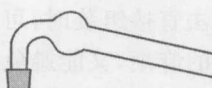
真空接液管



多尾接液管



油水分离器



干燥管



维氏分馏柱

图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器

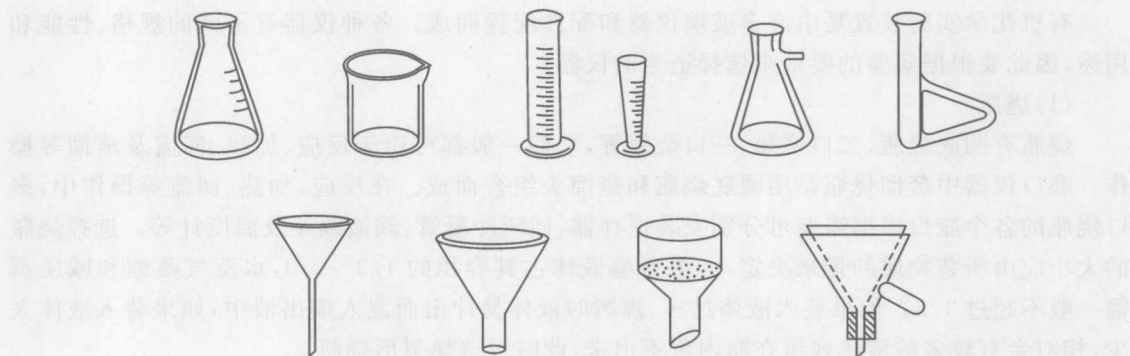


图 1-3 常用普通玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器的编号与大端直径见表 1-4。

表 1-4 标准磨口玻璃仪器的编号与大端直径

编号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

有的标准磨口玻璃仪器有两个数字,如 10/20,10 表示磨口大端的直径为 10 mm,20 表示磨口的长度为 20 mm。学生使用的常量仪器一般是 19 号的磨口仪器,半微量实验中采用的是 14 号磨口仪器。

1.3.2 仪器的使用与装配

1.3.2.1 仪器的干燥

(1) 仪器的洗涤

在进行有机化学实验时,为了避免杂质进入反应物中,必须使用清洁的玻璃仪器。洗涤仪器的方法很多,有机械法、化学法和超声波法等,应根据实验的要求、污物的性质和污染的程度来选择。一般常用的方法是用合适的毛刷蘸上洗涤剂或去污粉洗刷仪器内外壁,再用自来水冲洗干净。用于精制产品或供有机分析用的仪器,还需用蒸馏水淋洗 2~3 次。洗涤时应注意,不能用秃顶的毛刷,磨口仪器不宜用去污粉,否则易损坏磨口。

应养成仪器用完后立即清洗的习惯,这样对于一些不易用水洗涤的残渣污物,由于当时清楚它们的成因和性质,便于采取适当的方法清除。例如,碱性残渣和酸性残渣可分别用稀盐酸和稀氢氧化钠溶液处理,有机残渣和焦油状物可用适当的有机溶剂处理。应注意的是不要盲目地用酸碱和有机溶剂来清洗仪器,这样不仅浪费,而且也可能带来危险。

(2) 仪器的干燥

进行有机化学实验所使用的仪器除需清洁外,有时还需要干燥。对于无水、要求不高的实验,只需将洗净的仪器倒置一段时间至无水迹便可使用;而对于严格要求无水的实验,则需要将仪器置于烘箱中或热气流烘干器上烘干。对于过大、过长、不适宜放入烘箱中的仪器或需急用时,可先将水沥干,然后用少量丙酮或乙醇荡洗,再用电吹风吹干。必须注意的是,烘箱中烘干的仪器须冷至室温才能取出,热风吹干的仪器须用冷风吹凉,否则热的仪器自然冷却时会在瓶壁上凝结水汽。

1.3.2.2 仪器的选择与使用

有机化学实验装置是由许多玻璃仪器和配件配置而成。各种仪器有不同的规格、性能和用途,因此要根据实验的要求来选择适当的仪器。

(1) 烧瓶

烧瓶有圆底烧瓶、二口烧瓶、三口烧瓶等,它们一般都可用于反应、加热、回流及蒸馏等操作。磨口仪器中蒸馏烧瓶是用圆底烧瓶和蒸馏头组合而成。在反应、加热、回流等操作中,多口烧瓶的各个瓶口根据需要可分别安装搅拌器、回流冷凝管、滴液漏斗及温度计等。选择烧瓶的大小应由所装物质的量来决定,一般所盛液体占其容积的 $1/3 \sim 2/3$,水蒸气蒸馏和减压蒸馏一般不超过 $1/3$ 。如果装入液体过多,沸腾时液体易冲出而混入馏出液中;如果装入液体太少,相对会有较多的液体残留在瓶内蒸不出来,此时可选择梨形烧瓶。

(2) 冷凝管

常用的冷凝管有直形、球形、蛇形和空气冷凝管等。球形冷凝管、蛇形冷凝管可用于回流。直形冷凝管可用于一般蒸馏,被蒸馏液体的沸点应低于 140°C 。被蒸馏的液体沸点高于 140°C 时则使用空气冷凝管。当液体沸点很低或需快速大量蒸馏时,可选用蛇形冷凝管。使用蛇形冷凝管时要垂直安装,切不可斜装,否则将会使冷凝液停留在蛇形冷凝管内阻塞通路,造成蒸馏烧瓶内压力增大而发生事故。

(3) 分液漏斗和滴液漏斗

分液漏斗用于萃取和洗涤。滴液漏斗和恒压滴液漏斗用于向反应体系中滴加液体。使用分液漏斗和滴液漏斗时应注意使用时旋塞处要涂上凡士林,以防漏液和方便转动。涂凡士林的正确方法是在旋塞靠近把手的一端和漏斗旋塞通道小口内侧涂上一薄层凡士林,然后把旋塞插入并旋转,使凡士林均匀分布。烘干时要将旋塞取出,使用完毕后应及时清洗并将旋塞拔出或在旋塞与磨口间垫上小纸片以防黏结。

使用玻璃仪器时应注意以下几点:

(1) 使用玻璃仪器时,应轻拿轻放,并握在适当位置,以免折断。容易滑动的仪器(如烧瓶)不要叠放,以防打破。

(2) 不耐热的玻璃仪器,如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等不能高温加热;玻璃仪器(试管除外)都不能用明火直接加热,应垫以石棉网以防炸裂。锥形瓶不耐压,不能作减压仪器用。

广口容器(如烧杯)不能用以存放易挥发的有机溶剂。

(3) 不能把温度计当搅拌棒用,也不能用来测量超过其刻度范围的温度。温度计使用后,应缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以免炸裂。

(4) 标准磨口仪器磨口处要干净,不得黏有固体物质。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,导致漏气,甚至会损坏磨口的严密性。

(5) 玻璃仪器用完后应及时拆卸、清洗,各个部件要分开存放,否则磨口容易黏结在一起,很难拆开。如果发生此情况,可用热水煮黏结处或用电风吹磨口处,使其膨胀而脱落;还可利用木槌轻轻敲打黏结处;也可将磨口竖立,往上面缝隙间滴几滴甘油,如果磨口处能被甘油慢慢渗入,也可打开连接处。

(6) 带有磨口活塞的仪器(如分液漏斗、滴液漏斗等)清洗后,如果长时间不用,应将塞子拔出或在塞子和磨口间垫上纸条以免黏住;分离碱性溶液后,更应立即洗净活塞,防止黏住。

(7) 一般使用时,磨口处无需涂凡士林,以免沾污反应物或产物。若反应中使用强碱,则要