

高等学校“十三五”规划教材

应用化学实验

陈连清 主编



YINGYONG HUAXUE SHIYAN

工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

应用化学实验

陈连清 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《应用化学实验》是应用化学专业实验用书，共分3章，第1章为应用化学实验的一般知识；包括应用化学实验安全知识；应用化学实验常用仪器和装置；实验预习、实验记录和实验报告。第2章为应用化学实验，包括现代分析方向（14个）；精细化学品方向（11个）；绿色有机合成方向（16个）；高分子化学（7个）；能源催化材料（15个）；药物化学（6个），涵盖有机合成、无机合成、色谱、波谱、高分子化学、高分子物理、表面活性剂、日用化学品、涂料与黏合剂、轻工化学品、纳米材料、综合设计研究型实验等内容，共收录了69个实验项目，内容很丰富，涉及面很广。为了满足教学的实际需要，书的最后还提供了一些附录。

《应用化学实验》可供化学、应用化学、化工、制药、生物科学与生物工程、食品、环境、材料、医药等专业的学生使用，也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

应用化学实验/陈连清主编. —北京：化学工业

出版社，2018.2

ISBN 978-7-122-31244-0

I. ①应… II. ①陈… III. ①应用化学-化学实验-

高等学校-教材 IV. ①O69-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第315692号

责任编辑：李 琰

责任校对：宋 玮

装帧设计：关 飞

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

印 刷：北京市振南印刷有限责任公司

装 订：北京国马印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张12 $\frac{3}{4}$ 字数325千字 2018年6月北京第1版第1次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686） 售后服务：010-64518899

网 址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定 价：35.00 元

版权所有 违者必究

前言



《应用化学实验》是一门有关应用化学专业本科实验教学专业课。按照应用化学专业人才培养的目标：厚基础、强能力、高素质、宽口径的要求，培养学生具备应用化学方面的基本技能以及相关的工程技术知识和较强的实验技能，具有应用化学专业研究方面的科学思维和科学实验训练，为此我们编写了这本符合应用化学专业人才培养目标的实验教学用书——《应用化学实验》。

《应用化学实验》根据国家民委高教司和教育部化学化工教学指导委员会关于应用化学专业实验的基本教学要求，并在教学实践的基础上编写而成，内容先进，课程教学内容丰富，更突出综合实验和研究设计实验，着重培养学生的动手实践能力，以及分析和解决问题的能力。每个实验项目均附有思考题和部分参考文献，书后附有部分实验参考数据。本书根据应用化学专业的原理和方法对人类生产、生活实践中与化学有关的问题进行应用基础理论和方法的研究以及实验开发与应用研究，涉及的实验范围涵盖了整个化学领域，融化学理论和实践于一体，并与多门学科相互渗透，在推动科学技术进步中显示出勃勃生机。本书专业性比较强、特色明显的实验不仅包括开发基本精细化学品、能源催化材料、有机合成化学、高分子材料和药物化学等基础实验，还包括在工农业生产、海洋开发、航天航空、信息产业、环境保护、生物工程、国防建设以及日常生活中发挥着重要作用的环保实验、精细化学品等。

由于应用化学专业知识领域范畴极其广泛，本书主要选择现代分析方向（14个）；精细化学品方向（11个）；绿色有机合成方向（16个）；高分子化学（7个）；能源催化材料（15个）；药物化学（6个）等实验，另外，为了满足教学的实际需要，书的最后还提供了一些附录。全书实验内容具有很强的应用性，学生可通过实验活动达到理论联系实际的目的，同时培养学生进行创造性的学习，提高学生实验技能及分析问题和解决问题的能力。通过综合设计性实验，培养学生独立思考、创新能力以及团结协作精神，使其初步具有独立开展试验工作的能力，为今后从事生产和相关领域的科学研究与技术开发工作，打下必要的坚实基础。

本书由中南民族大学应用化学教研室老师编写，其中第一章得到了赵新筠老师的大力帮助，唐定国老师、李覃老师、蒋青青老师、韩小彦老师分别编写了能源催化材料部分实验。部分内容得到了黄裕峰、张成江、杜艳婷等研究生的协助。由于编者水平有限，书中疏漏或不当之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者

2017年9月

目录



1 应用化学实验的一般知识 1

1.1 应用化学实验安全知识	1
1.1.1 实验室安全守则	1
1.1.2 实验室事故的预防和处理	3
1.1.3 急救常识和急救用具	6
1.1.4 药品的贮藏和废品的回收	7
1.2 应用化学实验常用仪器和装置	8
1.2.1 常用普通玻璃仪器	8
1.2.2 常用的标准接口玻璃仪器	8
1.2.3 常用装置	9
1.2.4 常用仪器设备	13
1.3 实验预习、实验记录和实验报告	17
1.3.1 实验预习	17
1.3.2 实验记录	18
1.3.3 实验报告	18
1.4 应用化学实验评分标准	19

2 应用化学实验 21

2.1 现代分析方向	21
实验一 食盐中碘含量的测定	21
实验二 工业硫酸纯度的测定	23
实验三 工业硫酸中 SO_2 含量的测定	25
实验四 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	27
实验五 工业氨水纯度的测定	30
实验六 农用 NH_4HCO_3 中氨态氮含量的测定	32
实验七 食品中 NO_2^- 含量的测定	34
实验八 工业硼酸纯度的测定	37
实验九 磷肥中游离酸的测定	38
实验十 原子吸收法测定水中镁的含量	39

实验十一	有机酸摩尔质量的测定	41
实验十二	天然水中碳酸盐和总碱度的测定	43
实验十三	稻壳多孔炭的制备及对孔雀石绿的吸附性能研究	45
实验十四	气相色谱法测定乙醇中乙酸乙酯的含量	48
2.2	精细化学品方向	50
实验十五	表面活性剂水溶液动态表面张力的测定及吸附动力学	50
实验十六	卡拉胶的提取和果冻的制备	53
实验十七	从淡奶粉中分离、鉴定酪蛋白和乳糖	56
实验十八	从黄连中提取黄连素	58
实验十九	水杨酸甲酯(冬青油)的合成	60
实验二十	膏霜类护肤化妆品雪花膏的配制	62
实验二十一	表面活性剂:十二烷基硫酸钠的合成	65
实验二十二	抗暴剂:甲基叔丁基醚的合成	67
实验二十三	Ⅱ号橙染料的合成及染色	69
实验二十四	聚丙烯酸酯乳胶涂料的配制	71
实验二十五	聚酯酸乙稀乳胶涂料的配制	75
2.3	绿色有机合成方向	79
实验二十六	二苯乙醇酮(安息香)的合成	79
实验二十七	水杨醛的合成	82
实验二十八	乙酸异戊酯的制备	84
实验二十九	醋酸正丁酯的制备	86
实验三十	α -苯乙胺的合成	88
实验三十一	黄酮中间体邻羟基苯乙酮的制备	90
实验三十二	苯甲酰肼的合成	92
实验三十三	苯亚甲基苯乙醛酮(查尔酮)的制备	93
实验三十四	2-巯基-4,6-二甲基嘧啶的合成	94
实验三十五	桂皮酰哌啶的制备	96
实验三十六	烟酸的制备	99
实验三十七	香豆素-3-羧酸的合成	101
实验三十八	苯佐卡因的合成	103
实验三十九	席夫碱衍生物的合成	109
实验四十	二茂铁单羧酸和二茂铁单羧乙酯的合成	112
实验四十一	超声波辐射法仿生催化合成取代二苯乙醇酮(安息香)	115
2.4	高分子化学	118
实验四十二	无机添加型阻燃剂低水合硼酸锌的制备	118
实验四十三	丙交酯的制备及聚乳酸的合成	119
实验四十四	大环配合物 $[\text{Ni}(\text{14})_4, 11\text{-二烯-N}_4]\text{I}_2$ 合成和特性	121
实验四十五	液致相分离法制备聚苯乙烯微孔膜	123
实验四十六	溶胶的制备及性质研究	125
实验四十七	疏水型大孔树脂吸附亚甲基蓝	130
实验四十八	苯乙烯的溶液聚合及聚合物分子量的表征	132

2.5 能源催化材料	135
实验四十九 溶胶-凝胶法制备 TiO_2 纳米粒子及其表征	135
实验五十 溶胶凝胶法制备 $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ 锂离子电池负极材料	139
实验五十一 石墨烯- TiO_2 基 Pickering 乳液的合成及表征	140
实验五十二 皮克林微胶囊的构建及其制备条件优化	143
实验五十三 带隙可控的 $\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S}$ 固溶体的制备及其可见光催化产氢性能测定	145
实验五十四 硫醇自组装动力学的测定	148
实验五十五 液相水热合成法制备磷酸亚铁锂	151
实验五十六 高温固相碳热还原法制备磷酸亚铁锂	153
实验五十七 海胆型 TiO_2 空心微球光催化降解染料 X3B	155
实验五十八 TiO_2 半导体光催化降解罗丹明 B 染料活性测试	159
实验五十九 锂离子电池电极片的制备	162
实验六十 纳米 MnO_2 的制备	165
实验六十一 沉淀法制备 $\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x(\text{OH})_2$ 正极材料前驱体	167
实验六十二 MoSe_2 纳米薄片的制备及其表征	169
实验六十三 MoSe_2 纳米薄片的电催化产氢(HER)性能研究	171
2.6 药物化学	172
实验六十四 苯妥英钠(Phenytoin Sodium)的合成	172
实验六十五 磺胺醋酰钠的制备	175
实验六十六 阿魏酸哌嗪盐和阿魏酸川芎嗪盐的合成	177
实验六十七 扑热息痛的制备	179
实验六十八 扑炎痛(Benorylate)的合成	181
实验六十九 阿司匹林铝(Aluminum Acetyliclylate)的合成	183

附录 185

附录 1 常用实验数据	185
附录 2 危险化学品	192



应用化学实验的一般知识

1.1 应用化学实验安全知识

由于应用化学实验所用的药品多数是有毒、有腐蚀性、可燃性的，有的甚至是爆炸性的，因此必须要注意安全。比如甲醇、硝基苯、有机磷化合物、有机锡化合物、氰化物等属于有毒药品；氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、氢氧化钠及溴等属于强腐蚀性药品；乙醚、乙醇、丙酮和苯等溶剂是可以燃烧的；氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸属于易燃、易爆物质。应用化学实验中常使用的仪器大部分是玻璃制品，具有易碎、易裂的特点。同时，还要使用电器设备等辅助仪器，如果使用不当也易引起触电或火灾。所以在实验室工作，若粗心大意就容易引发割伤、烧伤、中毒乃至引发火灾、以及爆炸等各种事故。因此，必须充分认识到应用化学实验室是具有潜在危险的场所，从思想上重视安全问题。进入实验室前，应认真预习，对实验原理、目的意义、实验步骤、仪器装置、实验注释及安全方面的问题有比较清楚的了解。在进行实验时也必须严格遵守正确的操作规程，加强安全措施。实验结束后，对化学药品进行整理，从而有效地避免事故的发生，维护个人和实验室的安全，确保实验能顺利完成。下面介绍应用化学实验室的安全规则、事故的预防和处理以及急救常识。

1.1.1 实验室安全守则

由于应用化学实验是化学药品、水、气、玻璃仪器、电器设备等多方面知识的综合应用，为了保证应用化学实验教学正常、安全、有序地进行，培养良好的实验习惯，并保证实验室的安全，学生进入实验室时要严格遵守应用化学实验室的安全规则，必须要熟悉水、电、气和灭火器的正确使用方法、摆放位置，掌握灭火、防护和急救的相关知识。

1.1.1.1 应用化学实验药品

应用化学实验药品必须分类保管、安全取用。严禁把各类化学药品任意混合，以免发生意外事故。

(1) 取用时本着节约的原则,不得随意丢弃化学药品,试剂用毕,及时盖紧瓶盖。

(2) 易燃、易爆物品应远离火源,不能用明火加热,使用时最好在通风橱中进行。切勿把易燃的有机溶剂倒入废液缸中。

(3) 易燃、易挥发的溶剂不得用明火在敞口容器中或者密闭体系中加热,必须用水浴、油浴或者可调电压的电热套加热。加热的玻璃仪器外壁不得有水珠,也不能用厚壁玻璃仪器加热,以免因破裂引发火灾。

(4) 有毒、有腐蚀性化学品的取用,不得接触伤口。使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风橱中进行,并戴上防护用品,尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内。不得接触伤口。也不得随意倒入下水道中。取用酸、碱等腐蚀性的化学药品时必须小心,不能洒出。废酸应倒入废酸缸中,不能倒入废碱缸中。

(5) 对某些有机溶剂如苯、甲醇、硫酸二甲酯,使用时应特别注意。因为这些有机溶剂均为脂溶性液体,不仅对皮肤及黏膜有刺激性作用,而且对神经系统也有损伤。生物碱大多具有强烈毒性,皮肤亦可吸收,少量即可导致中毒甚至死亡。因此,必须穿上工作服、戴上手套和口罩才能使用这些试剂。

(6) 实验药品均不得入口。严禁在实验室中吸烟或饮食。实验完毕必须认真洗手。

(7) 废品的销毁。碎玻璃和其他棱角的废物不要丢入废纸篓或类似的容器中,应该使用专门的废物箱。不要把任何用剩的试剂倒回试剂瓶中,因为会对试剂造成污染,影响其他人的实验;危险的废品,如会放出毒气或能够自燃的废品(活性镍、磷、碱金属等),决不能丢在废物箱或水槽中。不稳定的化学品、不溶于水及与水不混溶的溶液也禁止倒入下水道。对倒掉后能与水混溶或能被水分解及腐蚀性液体,必须用大量的水冲洗。金属钾或钠的残渣应分批小量地加到大量的醇中予以分解(操作时必须戴防护目镜)。

1.1.1.2 玻璃仪器

由于应用化学实验室使用的大多数都是玻璃仪器。使用时要特别小心,否则容易产生危险。

(1) 装配玻璃仪器时,不能用力过猛或装配不当,否则会造成一定的伤害。

(2) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管,以免玻璃管、玻璃棒折断或破裂而划伤皮肤。

(3) 正确处理冷凝管的支管与橡皮管的连接通水问题。避免用力过猛,导致冷凝管的支管断裂而造成伤害。

(4) 使用玻璃温度计时,要特别小心,严禁打破。一旦打破,必须立即处理,先尽可能收集散落在地上的汞滴,撒落在地面难以收集的微小汞珠应立即撒上硫黄粉,使其形成毒性较小的硫化汞,或喷上用盐酸酸化过的高锰酸钾溶液(每升高锰酸钾溶液中加入5mL浓盐酸),过1~2h后再清除,或喷上20%三氯化铁的水溶液,干后再清除干净。切忌倒入下水道中。

(5) 常压蒸馏、回流和分馏反应,禁止采用密闭体系操作,一定要保持与大气相通。否则会由于蒸气的冲出而发生玻璃仪器的损坏,甚至引发爆炸。

(6) 减压过滤样品时,避免过大的负压造成玻璃抽滤瓶的超负荷而炸裂。因此减压蒸馏时,要用圆底烧瓶作为接收器,不可用锥形瓶,否则也可能会发生炸裂。

(7) 在用分液漏斗进行萃取操作时,要及时放气,放气时要朝向无人处。

1.1.1.3 电器设备

使用电器时,应防止人体与金属导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿的物体接触电

插头，防止触电。更不能让水进入到插座里导致短路。实验完毕，应先切断电源，再将电器连接的总电源插头拔下。

(1) 红外灯

烘干样品时，样品距离红外灯不能太近，以免产生的水蒸气使红外灯发生爆炸。

(2) 可调电压的电热套

严禁水进入电热套的内部。对玻璃仪器进行加热时，一定要用抹布把外壁上沾的水擦拭干净再加热。同时要求通入冷凝水时水量适当，以免水量过大造成水漏入电热套的内部而发生电线短路。

(3) 油浴加热设备

使用油浴加热时，严禁水进入热油中而发生危险。

1.1.1.4 冷凝水

(1) 仪器安装要在操作台的正中位置进行，尽量靠近水源，防止通冷凝水时由于橡皮管过短而使出水口中的水流到操作台上的插座里，造成短路。

(2) 冷凝水的水量大小刚好能让冷凝水流动就行。避免水量过大时造成水的浪费，同时可能出现水冲出台面发生水灾或者由于通入过大的冷凝水而导致水漏出而进入要求无水的反应体系中而发生危险。

(3) 用油浴加热蒸馏或回流时，必须避免冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上，从而引起火灾。这主要是由于橡皮管套入冷凝管时不紧密，开动水阀过快，水流过猛把橡皮管冲出来，或者由于套不紧漏水。所以，要求橡皮管套入冷凝管侧管时要紧密，开动水阀时也要慢动作，使水流慢慢通入冷凝管内。

此外，还必须遵守如下的安全规定。

① 实验结束后，要仔细关闭好水、电、气及实验室门窗，防止其他意外事故的发生。

② 有可能发生危险的化学反应，应采取必要的防护措施，如戴防护手套、眼镜、面罩等，甚至要在通风橱内进行。

1.1.1.5 安全用电

应用化学实验中实验的加热、搅拌、减压、干燥等过程都需要用电，触电事故会严重危害生命和财产安全。因此使用电器前，应检查电器是否完好，电源是否正确。为防止触电，应做到以下几点。

(1) 确保电器完好，工作状态正常，电线连接正确。

(2) 电源裸露部分应有绝缘装置，电器外壳应接地线。

(3) 电器连接正确的插座，电源线完好。修理或安装电器时，应先切断电源。

(4) 有正确等级的保险丝保护。

1.1.2 实验室事故的预防和处理

应用化学实验室的事故多为割伤、灼伤、中毒、着火、爆炸等。要想预防事故的发生，除了要了解有机实验室的安全知识外，还要熟悉实验室意外事故的预防和处理。当然还要熟悉灭火消防器材、紧急淋洗装置以及洗眼器的位置和正确使用方法。

1.1.2.1 割伤

造成割伤的原因一般有下列几种情况：(1) 装配仪器时用力过猛或装配不当；(2) 装配仪器用力处远离连接部位；(3) 仪器口径不合而勉强连接；(4) 玻璃折断面未烧圆滑，有棱角。

预防玻璃割伤要注意以下几点：(1) 玻璃管(棒)切割后，断面应在火上烧熔，以消除棱角；(2) 注意仪器的配套连接；(3) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管，以免玻璃管、玻璃棒折断或破裂而划伤皮肤。

如果不慎，发生割伤事故要及时处理，受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎片，如有玻璃碎片，先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大，先用蒸馏水洗净伤口，再用 3% H_2O_2 洗，然后涂上紫药水或碘酒，再用绷带扎住。伤口较大或割破了主血管，则应用力按住主血管，防止大出血，及时送医院治疗。

1.1.2.2 灼伤

皮肤接触了高温物质，如热的物体、火焰、蒸气；或者接触了低温物质，如固体二氧化碳、液态氮以及接触了腐蚀性物质，如强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此，实验时，要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。因此取用有腐蚀性化学药品时，应戴上橡皮手套和防护眼镜。

实验中发生灼伤，要根据不同的灼伤情况分别采取不同的处理方法。对于不同的化学试剂灼伤，处理方法不一样。

(1) 酸灼伤 立即用大量水冲洗，再用 3%~5% 碳酸氢钠溶液淋洗，最后水洗 10~15min。严重者将灼伤部位拭干包扎好，到医院治疗。

(2) 碱灼伤 立即用大量水冲洗，再用 2% 醋酸溶液或 1% 硼酸溶液淋洗，以中和碱，最后再水洗 10~15min。

(3) 有机物灼伤 用酒精擦洗可以除去大部分有机物。然后再用肥皂和温水洗涤即可。如果皮肤被有机酸等有机物灼伤，将灼伤处浸在水中至少 3h，然后请医生处置。

除金属钠外的大部分药品溅入眼内，都要立即用大量水冲洗。冲洗后，如果眼睛未恢复正常，应马上送医院就医。

1.1.2.3 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性，中毒主要是由皮肤或呼吸道接触有毒化学药品所引起的。在实验中要防止中毒，必须做到如下几点。

(1) 对有毒药品应小心操作，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，并向使用者指出必须注意遵守的操作规程。对实验后的有毒残渣必须作妥善、有效处理，不准乱丢。

(2) 有些有毒物质会渗入皮肤，因此，药品不要沾在皮肤上，尤其是极毒的药品。使用这些有毒物质时必须穿上工作服，戴上手套，称量任何药品都应使用工具，不得用手直接接触。操作后立即洗手，切勿让有毒药品沾及五官或伤口。

(3) 在反应过程中可能会产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行，尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内。实验过程中，应戴上防护用品，不要把头伸入通

风橱内。

(4) 对沾染过有毒物质的仪器和用具, 实验完毕应立即采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。一般药品溅到手上, 通常是用水和乙醇洗去。实验时若有中毒特征, 应到空气新鲜的地方休息, 最好平卧, 出现其他较严重的症状, 如出现斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大时应及时送医院就医。

1.1.2.4 着火

预防着火要注意以下几点。

(1) 在操作易燃溶剂时, 应远离火源, 最好在通风橱中进行。切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器内加热。

(2) 尽量防止或减少易燃气体的外逸, 倾倒时要远离火源, 且注意室内通风, 及时排出室内的有机物蒸气。

(3) 易燃或易挥发物质, 不得倒入废液缸内。应倒入专门的回收容器中进行回收处理。

(4) 实验室不准存放大量易燃物。

— 实验室如果发生了着火事故, 应沉着镇静及时地采取措施, 防止事故的扩大。首先, 立即熄灭附近所有火源, 切断电源, 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。

起火时, 要立即由火场的周围逐渐向中心处扑灭。同时也要防止火势蔓延(如采取切断电源、移去易燃药品等措施)。若衣服着火, 切勿在实验室惊慌乱跑, 应赶紧脱下衣服, 或用石棉布覆盖着火处, 或立即就地打滚, 或迅速以大量水扑灭。如果地面或桌面着火, 如火势不大, 可用淋湿的抹布、石棉布或沙子覆盖燃烧物来灭火; 火势大时可使用泡沫灭火器。如果油类着火, 要用砂或灭火器灭火, 也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。如遇电线着火, 应立即切断电源, 切勿用水或导电的酸碱泡沫灭火器灭火, 要用沙或二氧化碳灭火器灭火。如果电器着火, 切勿用水泼救急。首先应切断电源, 然后再用四氯化碳灭火器灭火(注意: 四氯化碳蒸气有毒, 在空气不流通的地方使用有危险!)。如果反应瓶内有机物着火, 可用石棉板盖住瓶口, 火即熄灭; 必要的时候可以使用灭火器。

注意: 大多数场合下不能用水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, 扩大火场。

1.1.2.5 爆炸

实验时, 仪器堵塞或装配不当、减压蒸馏使用不耐压的仪器、违章使用易爆物、反应过于猛烈难以控制都有可能引起爆炸。

为了防止爆炸事故, 应注意以下几点。

(1) 一些本身容易爆炸的化合物, 如硝酸盐类、硝酸酯类、三碘化氮、芳香族多硝基化合物、乙炔及其重金属盐、重氮盐、叠氮化物、有机过氧化物等化学药品不能随便混合。氧化剂和还原剂的混合物在受热、摩擦或撞击时也会发生爆炸。如过氧乙醚和过氧酸等, 在受热或被敲击时会发生爆炸。强氧化剂与一些有机化合物接触, 如乙醇和浓硝酸混合时会发生猛烈的爆炸反应。

(2) 常压操作时, 切勿在封闭系统内进行加热或反应, 在反应进行时, 必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。

(3) 减压蒸馏时,不得使用机械强度不大的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶等)。必要时,要戴上防护面罩或防护眼镜。

(4) 使用易燃、易爆物(如氢气、乙炔和过氧化物),要保持室内空气畅通,严禁明火。使用乙醚时,必须检验是否有过氧化物存在,如果发现有过氧化物存在,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物后才能使用。

(5) 反应过于猛烈时,要根据不同情况采取冷冻和控制加料速度等措施避免爆炸的发生。必要时可设置防爆屏。

以下类别或组别的化合物为易燃易爆化合物,它们在受热、受撞击或摩擦下会发生爆炸,有的甚至会自发的发生爆炸。

(1) 乙炔气、乙炔的重金属盐、乙炔银或乙炔铜对于振动是极端敏感的。

(2) 叠氮酸和所有的叠氮化物,不管是有机物还是无机物(只有叠氮化钠是安全的);芳基叠氮化物和叠氮化银在某些实验中很容易就会产生。

(3) 重氮盐(固态)和重氮化合物。

(4) 无机硝酸盐尤其是铵盐,多元醇的硝酸酯。

(5) 多硝基化合物,如苦味酸(苦味酸重金属盐或酯)、三硝基苯(TNB)、三硝基甲苯(TNT),在潮湿状态下是安全的。

(6) 硝基酚的金属盐。

(7) 过氧化物。

(8) 氮的三溴化物、三氯化物、三碘化物均是高敏感性的烈性爆炸物,除非绝对必要否则不能制备或者使用。

1.1.3 急救常识和急救用具

万一发生意外事故,切莫惊慌失措,应沉着冷静地利用掌握的消防知识应对处理。一定要熟悉安全器具的放置地点和使用方法,并妥善保管。急救药品和器具专供急救用,不准挪作他用或者改变放置位置。

1.1.3.1 灭火器

应用化学实验室一般不用水灭火,因为水能和一些化学药品(如钠)发生剧烈的反应,用水灭火会引起更大的火灾甚至爆炸,而且大多数有机溶剂不溶于水且比水轻,用水灭火时有机溶剂会浮在水的上面,反而扩大火场。在多数情况下可以使用灭火器灭火,干沙和石棉布也是实验室经济、常用的灭火材料。下面介绍实验室必备的几种灭火器材。

常用的灭火剂有二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器和泡沫灭火剂等。二氧化碳灭火器是应用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、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。四氯化碳灭火器和泡沫灭火器,虽然也都具有比较好的灭火性能,但由于存在一些问题,如四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸;泡沫灭火器喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝,污染严重,给后处理带来麻烦。因此,除非万不得已,最好不用这两种灭火器。

1.1.3.2 紧急冲淋洗眼装置和淋洗装置

当眼睛或者身体接触有毒有害以及具有腐蚀性的化学物质时,使用紧急冲淋洗眼装置和淋洗装置对眼睛和身体可以进行紧急冲洗或者冲淋,避免化学物质对人体造成进一步伤害。但是这些设备只是对眼睛和身体进行初步的处理,不能代替医学治疗。情况严重的,必须尽快进行医学治疗。当发生意外伤害事故时,通过这些装置的快速喷淋、冲洗,把伤害程度减轻到最低限度。因此必须事先了解这两个装置的使用方法,一旦化学药品溅入眼内,立即用大量水缓缓彻底冲洗。洗眼时要保持眼皮张开,可由他人帮助翻开眼睑,持续冲洗 15min。忌用稀酸中和溅入眼内的碱性物质,反之亦然。对因溅入碱金属、溴、磷、浓酸、浓碱或其他刺激性物质的眼睛灼伤者,急救后必须迅速送往医院检查治疗。

1.1.3.3 实验室常用的医药箱

医药箱中包含急救药品和急救用具。其中常见的急救药品有:碘酒、双氧水、饱和硼砂溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、2%硫代硫酸钠溶液、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉。常用的急救用具具有:洗眼杯、消毒棉花、棉签、纱布、胶布、绷带、创可贴、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.1.3.4 其他的安全器具

除了上面所述的安全器具外,应用化学实验室还需准备砂、石棉布、毛毡、棉胎等作为灭火用具。

1.1.4 药品的贮藏和废品的回收

1.1.4.1 实验室化学品的贮藏

化学品不能长时间放置于台面或者通风橱中,应该在使用后放回药品柜。不相容的化学品应该分开存放。危险化学品在使用后应立即放回药品储存柜。有机溶剂必须严格按照规定存放于指定实验室防火的不锈钢柜中,柜门需要密闭,该空间场所必须标识并且配备防火防毒的安全措施。

所有化学品的容器(试剂瓶、玻璃瓶等)必须贴上明确的标签,标识出内容物的特性、危害标志、风险、安全概述等。如果标签遗失,必须重新贴上标签,如果内容物存疑,应该进行安全处置。

1.1.4.2 废弃物处理

在实验室使用和管理中,废弃物处理是最为重要也是最难的一个方面。实验室中绝不允许废弃物积累,而应该置于适当容器中定期从实验区域转移至贮存场所从而方便进行恰当的处理。对于不同的废弃物,应该准备不同的配备适当箱盖的废物箱,并分类为破损的玻璃仪器、可燃废料如擦拭过可燃原料的纸、布等。无害的固体废料可置于废物箱中,有毒的固体废弃物应密封于塑料袋中置于单独的废物箱中。每种废物箱都要明确标示出来。废弃的溶剂应置于合适的容器中并严格标识,但要注意避免不加选择地将溶剂随意混合。卤化物溶液应该尤其注意与其他溶剂区分开来。

1.2 应用化学实验常用仪器和装置

1.2.1 常用普通玻璃仪器

应用化学实验常用的玻璃仪器，可分为普通仪器及标准接口仪器两类。普通玻璃仪器有烧杯、锥形瓶、抽滤瓶、玻璃漏斗、布氏漏斗、分液漏斗、量筒等，如图 1.1 所示：

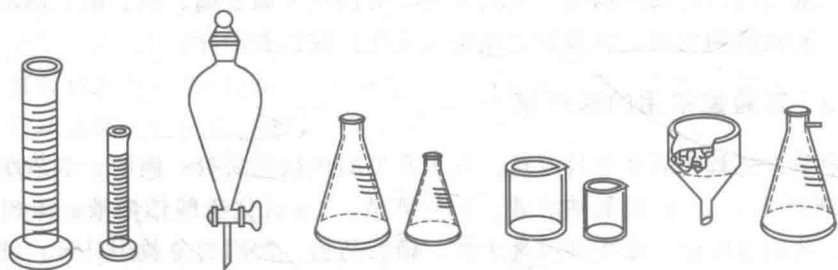


图 1.1 常用普通玻璃仪器

1.2.2 常用的标准接口玻璃仪器

1.2.2.1 标准接口玻璃仪器简介

标准接口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器，如图 1.2 所示。由于口塞尺寸的标准化、系统化，磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意对接，各部件能组装成各种配套仪器。当不同规格的部件无法直接组装时，可使用转换接头使之连接起来。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦，又能避免反应或产物被塞子沾污；口塞磨砂性能良好，其密合性可满足达到较高真空度的要求，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。

标准接口玻璃仪器，均按国际通用的技术标准制造。当某个部件损坏时，可以选配。

1.2.2.2 使用标准接口玻璃仪器注意事项

- (1) 标准口塞应经常保持清洁，使用前宜用软布擦拭干净，但不能附上棉絮。
- (2) 使用前在磨砂口塞表面涂以少量真空油脂或凡士林，以增强磨砂接口的密合性，避免磨面的相互磨损，同时也便于接口的装拆。
- (3) 装配时，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，只要达到润滑密闭要求即可。
- (4) 用后应立即拆卸洗净。长期不使用时最好在磨口和磨塞之间夹入纸片，否则对接处常会粘牢，以致拆卸困难，损坏仪器。
- (5) 装、拆时应注意相对的角度，不能在有角度偏差时强行扭转。
- (6) 磨口套管和磨塞应该配套使用，不得随意调换。



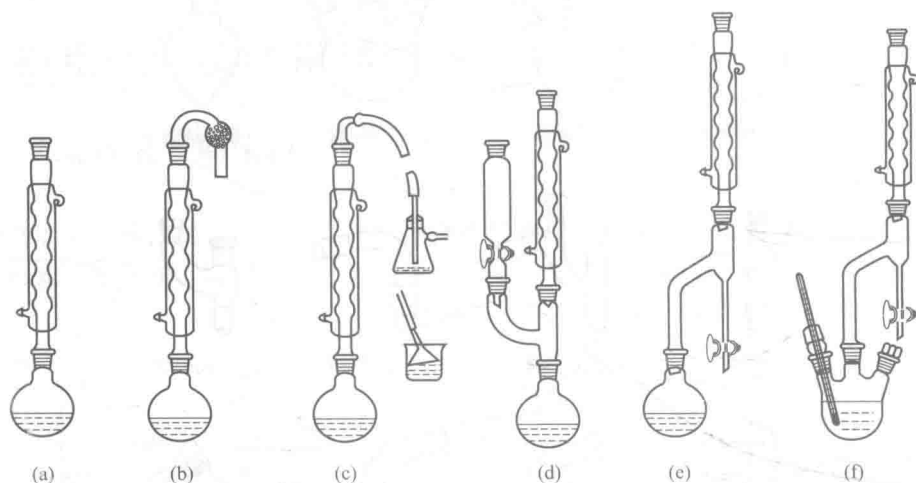
图 1.2 应用化学实验常用的标准接口玻璃仪器

1.2.3 常用装置

1.2.3.1 回流装置

当反应需要在反应体系的溶剂或反应物的沸点附近进行时需用回流装置。图 1.3 (a)适用于一般的反应体系；图 1.3(b)适用于需要防潮的回流体系；图 1.3(c)适用于产生有害气体（如溴化氢、氯化氢、二氧化硫等）的反应体系；图 1.3(d)适用于边滴加边回流的反应体系；图 1.3(e)适用于回流分水装置；图 1.3(f)适用于监测反应温度

的回流分水装置。



(a) 回流; (b) 带干燥管的回流; (c) 带气体吸收的回流; (d) 带滴液漏斗的回流;
(e) 带分水器的回流; (f) 带温度计、分水器的回流

图 1.3 应用化学实验常用的回流装置

1.2.3.2 蒸馏装置

用蒸馏法分离和提纯液体有机化合物时需要使用蒸馏装置。图 1.4 (a) 是带直形冷凝管 (A: 温度计水银球的上沿对准支管口的下沿) 的蒸馏装置, 是最常用的一种蒸馏装置, 它适用于低沸点物质的蒸馏 (沸点 $< 140^{\circ}\text{C}$), 既可在尾部侧管处连接干燥管, 用作防潮蒸馏, 也可连上橡皮管把易挥发的低沸点馏出物 (如乙醚) 的尾气导向水槽或室外。图 1.4 (b) 是带空气冷凝管的蒸馏装置, 适用于蒸馏高沸点物质 (沸点 $> 140^{\circ}\text{C}$)。图 1.4 (c) 是边滴加边蒸馏装置, 是闪蒸装置, 适用于大量溶剂的蒸除, 或用于少量物质的富积。由于液体可由滴液漏斗中不断加入, 避免了使用较大的蒸馏瓶。但在蒸馏的时候要加沸石。

1.2.3.3 搅拌装置

如果反应在互不相溶的两种液体或固液两相的非均相体系中进行, 或其中一种原料需逐渐滴加进料时, 必须使用搅拌装置。搅拌方式有两种: 机械搅拌和磁力搅拌。图 1.5 中的搅拌类型为机械搅拌。图 1.5 (a) 适用于搅拌下滴加回流的反应; 图 1.5 (b) 适用于搅拌下滴加并需测温的反应; 图 1.5 (c) 是带回流、滴加、干燥管的搅拌装置。在反应原料较少的情况下, 也可以根据实验的需要, 选用磁力搅拌装置代替机械搅拌装置。

1.2.3.4 水蒸气蒸馏装置

水蒸气蒸馏是分离和提纯有机物质的一种常用方法。目前实验室的水蒸气蒸馏装置由水蒸气发生装置、安全玻璃管、蒸馏烧瓶、冷凝管、接收瓶组成。图 1.6 为简单的水蒸气蒸馏装置, 适用于产物或杂质与水不混溶、沸点高、高温容易分解、能与水共沸的有机物的分离、纯化。