



中国轻工业“十三五”规划教材

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

郭艳玲 刘雁红 程绍玲 杨迎花◎主 编

 天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

三五”规划教材

有机化学实验

郭艳玲 刘雁红 程绍玲 杨迎花 主 编

 天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

内容提要

本书是根据教育部化学和化工类专业有机化学实验课程的教学基本要求,并结合多年有机化学实验教学成果编写的有机化学实验教材。

全书共分八个部分,包括有机化学实验基本知识、有机化学实验基本操作、有机化合物的制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的基本化学性质及鉴定、综合设计实验、应用型实验和附录。

本书可作为普通高等学校化学和化工类专业有机化学实验教材,也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 郭艳玲等主编. —天津:天津大学出版社,2018.8

中国轻工业“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5618-6162-2

I. ①有… II. ①郭… III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①062—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 142605 号

出版发行 天津大学出版社
地 址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话 发行部:022-27403647
网 址 publish.tju.edu.cn
印 刷 天津泰宇印务有限公司
经 销 全国各地新华书店
开 本 185mm × 260mm
印 张 12
字 数 300 千
版 次 2018 年 8 月第 1 版
印 次 2018 年 8 月第 1 次
定 价 32.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

在中国特色社会主义新时代,为实现高等教育内涵式发展,由高等教育大国向高等教育强国转型是我国高等教育面临的重要课题。教学改革是高等教育改革与发展的重要手段之一。有机化学实验教学改革的核​​心是切实提高实验教学质量,目的是培养具有创新意识和科学品质的适应未来发展的专业人才。随着实验教学改革的深入发展,实验教材的改革也是其中必不可少的环节。有机化学实验课程是化学、化工、生命科学、环境科学、海洋科学及医药科学等多个学科重要的必修课程。本书是作者在近年来面对多个专业的学生所进行的教学实践和教学改革的基础上编写的。全书依据新时代发展理念,系统设计教材内容,力争做到结构简练,重点突出。

全书共包括八个部分。第一部分为有机化学实验基本知识。该部分除介绍学生必须掌握的有机化学实验基础知识外,重点强化了实验室安全知识、危险化学品常识和绿色化学实验理念等内容,强调了“安全是首要职责”的实验原则。第二部分为有机化学实验基本操作。该部分的特点是每个基本操作都设计一个实验训练内容。本着节约试剂、减少污染的绿色化学实验原则,基本操作实验所使用的试剂一般采用上学期合成实验所得的产品或回收试剂。如常压蒸馏所用试剂为自制的乙酸正丁酯,升华所用的试剂是自制的咖啡因。第三部分为有机化合物的制备。该部分按照有机化合物的类型进行分类,实验内容与理论课内容一样循序渐进,使学生更容易接受。第四部分为天然有机化合物的提取。介绍了几种常见天然产物的分离提纯方法。第五部分为有机化合物的基本化学性质及鉴定。第六部分为综合设计实验。该部分选择有代表性的、典型的多步骤合成实验。实验项目与理论课内容紧密结合,同时兼顾新技术和新方法的引入,旨在提高学生综合运用知识的能力。第七部分为应用型实验。为提高学生对有机化学实验的学习兴趣,重点挑选与学生后续专业相关的实验项目,可供学生进行自主选择实验。第八部分为附录。介绍了常用有机溶剂的纯化方法和有机化学实验常用数据。附录三引入了有机化学实验报告的电子版,供读者参考使用。

参加本书编写的有郭艳玲、刘雁红、程绍玲、杨迎花、韩聪、谢运甫。全书由郭艳玲教授负责统稿。

本书在编写过程中得到了黄晓南、刘伟、张海丽、王华静、寇丽、刘艳华、张环等老师的帮助,在此表示感谢。该书参考了多种国内外教材,并引用了其中一些图、表、数据等,在此谨向这些教材的作者表示衷心的感谢!

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏之处,恳请读者批评指正。

编著者

2018年5月

目 录

第一部分 有机化学实验基本知识	(1)
一、有机化学实验的主要内容和特点	(1)
二、有机化学实验室基本规则	(2)
三、有机化学实验室安全知识	(3)
四、有机化学实验常用玻璃仪器及装置	(8)
五、有机化学实验常用仪器设备	(14)
六、有机化学实验的基本程序	(18)
七、有机化学文献资料	(22)
八、危险化学品常识及绿色化学实验理念	(25)
第二部分 有机化学实验基本操作	(29)
一、玻璃仪器的洗涤与干燥	(29)
二、加热和冷却方法	(30)
三、干燥与干燥剂的使用	(31)
四、萃取分离原理与技术	(35)
(一)液-液萃取	(35)
(二)固-液萃取	(37)
(三)化学萃取	(38)
五、液体有机物的分离与提纯	(38)
(一)常压蒸馏	(38)
实验 2-1 液体有机物的干燥与蒸馏	(40)
(二)分馏	(41)
实验 2-2 乙醇的分馏	(42)
(三)水蒸气蒸馏	(43)
实验 2-3 水蒸气蒸馏提纯苯甲醛	(45)
(四)减压蒸馏	(46)
实验 2-4 减压蒸馏 N,N-二甲基甲酰胺	(49)
六、固态有机物的分离与提纯	(50)
(一)重结晶及过滤	(50)
实验 2-5 乙酰苯胺的重结晶	(53)
(二)升华	(54)
实验 2-6 咖啡因的升华	(56)
七、有机物物理常数的测定	(56)
(一)熔点的测定	(56)
实验 2-7 固体有机化合物熔点的测定	(59)
(二)沸点的测定	(60)
实验 2-8 微量法液体有机化合物沸点的测定	(61)

(三)折光率的测定	(61)
实验 2-9 液体有机化合物折光率的测定	(63)
八、色谱法	(63)
(一)薄层色谱	(63)
实验 2-10 薄层色谱法分离有机化合物	(67)
(二)柱色谱	(68)
实验 2-11 柱色谱法分离有机化合物	(71)
九、无水无氧操作	(71)
第三部分 有机化合物的制备	(73)
一、烯烃的制备	(73)
实验 3-1 环己烯的制备	(73)
二、卤代烃的制备	(75)
实验 3-2 溴乙烷的制备	(76)
实验 3-3 1-溴丁烷的制备	(77)
三、醇的制备	(79)
实验 3-4 2-甲基-2-己醇的制备	(80)
实验 3-5 三苯甲醇的制备	(81)
四、醚的制备	(83)
实验 3-6 正丁醚的制备	(84)
实验 3-7 苯乙醚的制备	(85)
五、醛的制备	(86)
实验 3-8 正丁醛的制备	(86)
六、酮的制备	(88)
实验 3-9 环己酮的制备	(89)
实验 3-10 苯乙酮的制备	(91)
七、羧酸的制备	(93)
实验 3-11 己二酸的制备	(93)
实验 3-12 肉桂酸的制备	(95)
八、羧酸酯的制备	(96)
实验 3-13 乙酸正丁酯的制备	(97)
实验 3-14 乙酰水杨酸的制备	(98)
九、重氮化反应	(100)
实验 3-15 对氯甲苯的制备	(101)
实验 3-16 甲基橙的制备	(103)
十、酯缩合反应	(105)
实验 3-17 乙酰乙酸乙酯的制备	(105)
十一、康尼查罗反应	(108)
实验 3-18 苯甲醇和苯甲酸的制备	(108)
实验 3-19 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(110)
第四部分 天然有机化合物的提取	(114)
实验 4-1 从茶叶中提取咖啡因	(114)

实验 4-2	从柑橘皮中提取橙油	(116)
实验 4-3	从番茄酱中提取番茄红素	(117)
实验 4-4	银杏叶中黄酮类有效成分的提取	(118)
实验 4-5	从槐米花中提取芦丁	(119)
实验 4-6	从黄连中提取黄连素	(121)
第五部分	有机化合物的基本化学性质及鉴定	(124)
实验 5-1	烃的性质实验	(124)
实验 5-2	卤代烃的性质实验	(125)
实验 5-3	醇和酚的性质实验	(126)
实验 5-4	醛和酮的性质实验	(127)
实验 5-5	胺的性质实验	(129)
实验 5-6	糖的性质实验	(130)
第六部分	综合设计实验	(133)
实验 6-1	二苯叉丙酮的制备	(133)
实验 6-2	安息香的辅酶催化合成	(135)
实验 6-3	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的合成与分离	(137)
实验 6-4	己内酰胺的制备	(141)
实验 6-5	正己酸的制备	(143)
实验 6-6	微波辐射合成肉桂酸	(146)
实验 6-7	双环[2.2.1]-2-庚烯-5,6-二酸酐的合成	(147)
实验 6-8	乙酰二茂铁的合成、纯化与表征	(149)
第七部分	应用型实验	(152)
实验 7-1	十二烷基硫酸钠的合成及应用	(152)
实验 7-2	香豆素的合成	(154)
实验 7-3	2,4-二氯苯氧乙酸的制备	(157)
实验 7-4	聚丙烯酰胺的制备	(160)
实验 7-5	葡萄糖酸锌的制备	(162)
实验 7-6	食品抗氧化剂 TBHQ 的合成	(163)
第八部分	附录	(165)
附录一	常用有机溶剂的纯化	(165)
附录二	有机化学常用数据表	(170)
附表 8-1	常用元素相对原子质量	(170)
附表 8-2	常见酸碱溶液密度及百分组成	(170)
附表 8-3	部分共沸混合物的性质	(174)
附表 8-4	典型有机分子中 ¹ H NMR 的化学位移值	(175)
附表 8-5	常见有机物的物理常数	(176)
附表 8-6	不同温度下水的蒸气压	(184)
附录三	有机化学实验报告	(185)
参考文献	(186)

第一部分 有机化学实验基本知识

有机化学是一门以实验为基础的自然科学,实验是有机化学学科体系中不可分割的重要组成部分。通过实验,可验证理论并巩固和加深学生对理论的理解;实验的创新,可推动理论的发展,使整个学科不断进步和完善。

有机化学实验课程是化学、化工以及相关专业的一个重要基础课,是培养学生动手能力和创新能力的实践课程。通过本课程的学习,使学生掌握有机化学实验的基本操作和基本技能,掌握有机化合物合成及产物分离的一般方法,掌握有机化合物常用物理常数的测定和光谱分析方法等。

一、有机化学实验的主要内容和特点

1. 有机化学实验的主要内容

1) 有机化合物的制备

有机化合物的制备是有机化学实验的主要内容之一,掌握制备程序和操作方法是学习有机化学实验的基本要求。制备前准备工作包括:查阅文献,了解反应物和产物的性质,确定合成路线,设计实施方案。制备过程要合理选择反应装置,确定原料配比、加料方式、反应温度和反应时间等。反应结束通常要进行产物的分离和结构鉴定等。

2) 有机化合物的分离提纯

有机化学反应的一个重要特点是副产物多,制备结束往往得到的是有机物的混合物,因此分离提纯成为有机化学实验中的一项重要内容,掌握分离提纯的理论和实验技术是实验课程不可缺少的部分。常用分离提纯技术如下:①分离提纯固体或固-液有机混合物的方法有重结晶、过滤技术、膜分离技术、升华技术、沉淀和离心技术等;②分离提纯液体有机物的方法有蒸馏技术、萃取技术等;③精细分离提纯方法有色谱和电泳技术;④天然产物的提取方法有水蒸气蒸馏法、溶剂提取法、萃取法、升华法等。

3) 有机化合物的结构鉴定

结构是化学性质的决定性因素,不同的结构常常有着不同的性质,相似的结构也具有相近的性质。有机化合物的结构变化异常丰富,其空间结构的变化更是丰富多彩,研究有机化合物的结构十分重要且又富有挑战性。有机化合物的结构鉴定包括经典的化学分析法和现代的仪器分析法。化学分析法鉴定官能团具有简单易行、操作方便的特点,但难以确定化合物的精细结构,而仪器分析法在推测复杂有机物的结构时具有方便、快捷、精确的明显优势。现代常用的分析技术有紫外光谱、红外光谱、拉曼光谱、核磁共振波谱、质谱、X射线衍射法、旋光法和圆二色谱法等。

2. 有机化学实验的特点

与无机化合物相比,有机化合物具有的显著特点是多数有机化合物不溶于水、熔沸点低、易燃、分解温度低以及异构体多等,因此有机化学实验技术与方法和其他学科也有明显的不同。

同。

1) 有机化学反应的特点

多数有机化学反应速度比较慢,需要几个小时、几天甚至几个月才能完成;多数有机化学反应的副反应多,反应不能定量进行,所以反应式往往不需要配平;较多的副反应导致有机化学反应的产率较低;为减少副反应发生,有机化学反应条件要求严格。基于这些特点,在有机化学反应中,要严格控制反应条件,降低副产物的生成,并通过适当方法和技术缩短反应时间。

2) 有机化合物分离提纯的特点

有机化学反应的复杂性导致合成产物多为混合物,分离提纯成为有机实验的一个重要部分。通常情况下,对于结构和性质上差别较大的有机物,可以采用蒸馏、萃取、升华、重结晶、过滤等经典实验技术进行分离。对于结构相近、性质相似且很难用经典实验技术分离的有机物,则要依靠色谱和电泳等近代化学技术进行分离提纯。大多数情况下需要综合多种实验技术才能达到理想的分离效果。

3) 有机化合物结构鉴定的特点

有机化合物结构层次复杂多样,结构鉴定十分困难,不但要依据元素分析、物理常数测定和化学性质鉴别,还要综合运用色谱分析、质谱分析和光学分析等多种近现代技术,才能获得准确的鉴定结果。

4) 有机化学实验环境的特点

由于有机化合物沸点低、易挥发、易燃、易爆且毒性较大,因此实验环境要有良好的通风设备,要有防火、防爆、防中毒的设施与预案,备有分类回收容器和危险品存贮设备,危险品有使用记录。有机化学实验复杂,所涉及实验仪器设备较多,实验室要具有科学规范的管理制度,才能保障实验工作的顺利开展。

二、有机化学实验室基本规则

有机化学实验经常会用到易燃、易爆、有毒和强腐蚀性试剂,易引起火灾、爆炸、中毒等事故。为了防止事故发生,每一个在有机实验室进行实验的人员都必须遵守以下规则。

(1) 牢固树立“安全第一”的思想,时刻注意实验室安全。学会正确使用水、电、通风橱、灭火器等,了解实验事故的一般处理方法。做好实验的预习工作,了解所用药品的危害性及安全操作方法,按操作规程使用有关实验仪器和设备。若发现问题应立即停止使用并报告老师。

(2) 进入实验室前,应认真预习,对实验内容、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,做到心中有数、思路明晰。

(3) 实验过程中,要保持安静,按预定的实验方案,集中精力,认真操作,仔细观察,如实记录实验现象,同时保持台面清洁。实验中途不得擅自离开实验室。

(4) 取用药品前应仔细阅读药品标签,按需取用,避免浪费;取完药品后要及时盖好瓶塞。公用仪器、原料、试剂和工具应在指定的地点使用,用后立即放回原处。不要任意移动或更换实验室公共仪器和药品的摆放位置。

(5) 实验过程中所产生的所有废液及废渣都要倒入指定的回收容器中,严禁倒入水池及垃圾桶中,产物也按同样方法回收。

(6) 实验结束后,清理打扫个人实验台面,洗涤仪器,清点无误后放回原处。完成实验报

告并上交。

(7) 值日生做好整个实验室的清洁工作,将实验器材、试剂放到指定位置,摆放整齐,并检查水、电是否安全,关闭门窗,告知老师后方可离开实验室。

(8) 进入实验室必须穿实验服,不得穿拖鞋或露脚指、脚面的鞋,女同学长发必须扎起,离开实验室前应认真洗手。

(9) 禁止在实验室内吸烟、饮水或吃东西,不得在实验中进行与实验无关的活动。

三、有机化学实验室安全常识

有机化学实验室所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性的。比如乙醚、乙醇、丙酮和苯等溶剂易于燃烧;甲醇、硝基苯、有机磷化合物、有机锡化合物、氰化物等属有毒药品;氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸属易燃、易爆性化学药品;氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等属强腐蚀性药品。同时,化学实验中使用的玻璃仪器易碎、易裂,容易引发割伤等事故。因此,必须认识到化学实验室是一个潜在的、危险的场所。但是,只要重视安全问题,思想上提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施,就能维护人身和实验室的安全,确保顺利完成实验。

1. 用水用电安全

进入有机化学实验室应首先了解水电开关及总闸的位置,而且要掌握它们的使用方法。如实验需要使用冷凝水时,应先缓缓接通冷凝水(水量要小),再接通电源并打开电热套。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验完成后,应先关掉电源,再去拔插头,而后关冷凝水。值日生在做完值日后,要关掉所有的水闸及总电闸。

人体通过 50 Hz 的交流电 1 mA 就有感觉,通电 10 mA 以上使肌肉强烈收缩,通电 25 mA 以上则呼吸困难,甚至停止呼吸,通电 100 mA 以上则使心脏的心室产生纤维性颤动,以致无法救活。直流电在通过同样电流的情况下,对人体也有相似的危害。

安全用电注意事项如下。

(1) 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器老化等现象。若发现异常,及时报修,防止意外发生。

(2) 一切电源裸露部分都应有绝缘装置,所有电器设备的金属外壳应接上地线。

(3) 操作电器时,手必须干燥。实验时,应先连接好电路后再接通电源。实验结束后,先切断电源,再拆线路。

(4) 若室内有氢气、煤气等易燃、易爆气体,应防止产生电火花,否则会引起火灾或爆炸。电火花经常在电器接触点(如插销)、继电器工作时以及开关电闸时产生。因此,当实验室有易燃、易爆气体时,应注意室内通风,电线的接头要接触良好、包扎牢固,在继电器上连接电容器,以减弱电火花等。

(5) 如遇着火,则应首先切断电路,用砂土、干粉灭火器或 CCl_4 灭火器等灭火,禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。

(6) 如果遇到有人触电,应首先切断电源,然后对触电者进行人工呼吸并送医院抢救。

2. 火灾的预防及处理

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,而且多数有机反应需要加热,因此着火是有机化学实验室常见的事故之一。预防着火的基本原则如下。

(1)当操作易燃的有机溶剂时要特别注意:实验开始前,应先打开实验室通风设备,实验装置的安装应远离火源;切勿用敞口容器存放、加热或蒸煮有机溶剂,否则挥发后的溶剂遇明火后易着火,发生火灾。实验室常见的易燃溶剂有乙醚、二硫化碳、烃类(己烷、苯、甲苯等)、醇类、酮类(丙酮、丁酮)以及酯类(乙酸乙酯)等。

(2)加热水冷凝的装置前应将冷凝水接通,否则有机溶剂泄漏或大量蒸气来不及冷凝而逸出,易造成火灾。当可燃液体在加热蒸馏和回流时,应确保所有接头连接紧密且无张力。蒸馏时接引管的出口应远离火源,特别对于低沸点的物质(如乙醚),应用橡皮管引入下水道或室外。

(3)在移取或添加易燃溶剂(如乙醚、乙醇和苯等)时,务必熄灭或远离火源。在加热这些溶剂时不要直接用明火,可以用水浴、空气浴等。用油浴加热时,应注意避免水特别是冷凝水的溅入。

(4)进行放热反应时,应准备冷水或冷水浴。一旦发现反应失去控制,应将反应器浸在冷水浴中冷却。当用电加热套加热时,电加热套应有足够的活动空间,以便在加热剧烈时能方便拆卸。

(5)不得把燃着或带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱丢,也不能丢入废物缸中,否则会发生危险。

(6)由于有机溶剂(如乙醇、乙醚等)易燃,在室温时即有较大的蒸气压。如乙醚的沸点只有 $34.51\text{ }^{\circ}\text{C}$,其密度比空气大,所以它往往悬浮于桌面或地面很难扩散,一旦碰到明火,很容易造成火灾。故切勿将有机溶剂倒入废物缸中,而应将其倒入回收瓶中。

实验室一旦发生着火事故,应保持沉着镇静,不要惊慌失措,室内全体人员应积极有序地参加灭火。一般采用如下措施:①为防止火势扩展,应立即关闭煤气灯,熄灭其他火源,拉开室内总电闸,搬开易燃物质;②根据燃烧物的性质和火势及时采取相应措施,设法灭火。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,因为大多数有机溶剂比水轻,会漂浮在水面燃烧,并随水漂流而使火势蔓延,反而会引来更大火灾。在失火初期,不能用口吹,必须使用灭火器、砂、毛毡等。

3. 爆炸的预防及处理

有些药品能与水或其他物质发生爆炸性反应,因而具有爆炸的危险。碱金属就是一个常见的例子,金属钠和水剧烈反应,能发生爆炸反应。还有的化合物分子中含有许多氧原子或氮原子,因而能够发生分子内的氧化还原反应,或产生像氮气这样稳定的分子。当这些化合物(如聚氮化合物、苦味酸、炔化银等炔金属、叠氮化合物、重氮化合物、过氧化物、过氯酸盐等)干燥时,对撞击震动较敏感,具有爆炸的危险。因此,防爆是有机化学实验室又一重要任务。一般的预防措施如下。

(1)蒸馏装置必须安装正确。常压蒸馏装置不能安装成密闭体系,应与大气相通。减压蒸馏时,不能用三角烧瓶、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,而应选用圆底烧瓶作为接收瓶或反应瓶。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。

(2)使用易燃易爆气体(如氢气、乙炔等)时,要保持室内空气畅通,严禁明火,并应防止一切火星的发生。有机溶剂(如醚类和汽油一类物质)的蒸气与空气相混时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电火花而引起爆炸。常用易燃气体的爆炸极限见表 1-1,常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限见表 1-2。

表 1-1 常用易燃气体的爆炸极限

名称	爆炸极限(体积分数)/%	名称	爆炸极限(体积分数)/%
氢气	4.1~74.2	甲烷	5~15
一氧化碳	12.5~74.2	乙炔	2.5~80.0
氨气	15.7~27.4	环氧乙烷	3~100
乙烯	3.0~33.5	硫化氢	4.3~45.5

表 1-2 常用易燃溶剂的蒸气爆炸极限

名称	沸点/℃	闪点/℃	爆炸极限(体积分数)/%
甲醇	65.0	11	6.72~36.50
乙醇	78.5	12	3.28~18.95
乙醚	34.5	-45	1.85~36.50
丙酮	56.2	-17	2.55~12.80
苯	80.1	-11	1.41~7.10
正己烷	68.9	-22	1.20~7.40

(3)使用醚类物质时,必须用亚铁氰化钾或碘化钾先检查有无过氧化物存在,如果发现有过氧化物存在,应先用硫酸亚铁除去过氧化物后才能使用,以免发生爆炸。对于用过氧化物作引发剂的反应,在后续操作中应特别注意。

(4)卤代烷与钠的反应剧烈,易发生爆炸,应分开放置,金属钠屑必须放在指定的地方。

(5)对于易爆炸的固体(如氯化银、氯化亚铜、苦味酸的金属盐、三硝基甲苯等)都不能重压或撞击,以免引起爆炸,残渣必须小心销毁。例如,氯化银、氯化亚铜可用酸使它们分解而销毁,重氮化合物可加水煮沸使其分解。

(6)开启有挥发性液体的试剂瓶时,应先用冷水冷却,开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而导致伤害。当瓶塞不易开启时,必须注意瓶内贮存物质的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

如发生爆炸事故,室内人员应积极采取有效措施,防止事态扩大。如迅速切断电源,将易燃、易爆物品移至安全的地方。如爆炸后起火,应将灭火器喷出口对准火焰底部并从火的四周开始向中心进行扑救。如果不幸有人员受伤,小伤用急救箱处理,大伤一定要送医院。

4. 药品灼伤的预防及处理

有机合成实验用到的仪器、试剂较多,如皮肤不小心接触了高温的物体、火焰、蒸气,低温的固体二氧化碳、液氮,强酸、强碱、溴等腐蚀性物质都会造成灼伤。因此,实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性的化学药品时,应戴上橡胶手套和防护眼镜。

如不慎被药品灼伤,应根据不同的灼伤情况立刻采取不同的处理方法。

(1)酸灼伤。皮肤受酸灼伤后,立即用大量水冲洗,然后用1%~2%碳酸氢钠溶液洗涤,最后涂上药膏,并将伤口包扎好。眼睛受酸灼伤后,抹去溅在眼睛外面的酸,立即用水冲洗,用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头慢慢用水对准眼睛冲洗后送医院就诊。衣服受酸灼伤后,依次用水、稀氨水和水冲洗。地板受酸灼伤后,撒上石灰粉,再用水冲洗。

(2)碱灼伤。皮肤受碱灼伤后,先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤,再涂上药膏并包扎好。眼睛受碱灼伤后,抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤后滴入蓖麻油。衣服受碱灼伤后,先用水冲洗,然后用10%醋酸溶液洗涤,再用氢氧化铵中和多余的醋酸,最后用水冲洗。

(3)溴引起的灼伤特别严重,如溴弄到皮肤上,应立即用水冲洗,以2%硫代硫酸钠浸渍,敷上烫伤药膏,包扎并求诊。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开,可使眼睛靠近盛放酒精的容器上方,以加速溴的挥发,从而减少对眼睛的刺激。

(4)钠灼伤。可见的小块钠先用镊子移去,其余处理与碱灼伤情况相同。

(5)如被灼热的玻璃或铁器烫伤,轻者立即用冷自来水冲洗伤口数分钟或用冰块敷伤口至痛感减轻;较重者可在患处涂正红花油,然后擦一些烫伤药膏。

上述各种急救方法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救之后,应立即送医院诊治。

5. 中毒的预防及处理

有害和有毒的区别仅仅是程度不同而已。大多数有机化合物都是有害的,有些是相当有害的,因此被认为是有毒的药品。通常所见的化合物有很多是有毒性的,因此必须在通风橱里使用,例如苯、溴、硫酸二甲酯、氯仿、己烷、碘甲烷、汞盐、甲醇、硝基苯、苯酚、氰化钾、氰化钠等。急性中毒与慢性中毒的区别是:急性中毒一般很快就会被觉察,如受浓氨水刺激而感到窒息,就需迅速采取相应措施;慢性中毒一般不易察觉,是长时间处于某种环境中而导致对身体长期伤害的积累,因此许多物质被称为致癌物,但不能因此否定它们在有机化学实验中的作用,使用这些物质时需要格外小心。

另外,许多有机化合物对眼睛、皮肤和呼吸道有较强的刺激性,应当尽量避免与这些试剂或其蒸气接触。大多数化学药品或多或少都具有一定的毒性,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危害。因此预防中毒应做到以下几点。

(1)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。做完实验后,应先洗手再吃东西。任何药品不能用嘴尝,不要在实验室进食、饮水。

(2)剧毒药品应妥善保管,不许乱放,实验中使用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须进行妥善而有效的处理,不准乱丢。

(3)有些剧毒物质会渗入皮肤,因此在接触这些物质时必须戴橡胶手套,使用后应立即洗手,切勿让有毒药品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重时会造成中毒死伤。

(4)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,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头部伸入橱内,尽可能避免有机物蒸气扩散到实验室内。

如已发生中毒,应按如下方法处理。

(1)若化学药品溅入或误入口腔,应立即用大量的水冲洗。如已进入胃中,应查明药品的毒性性质再服用解毒药,并立即送往医院急救。

(2)误吞强酸,先饮用大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮用大量的水,再服醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

(3)如果发生刺激性及神经性中毒,先服牛奶或鸡蛋白使之冲淡和缓解,再服用硫酸铜溶液(将硫酸铜溶液 30 g 溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸入喉咙催吐后,立即到医院就诊。

(4)吸入气体中毒者,先将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴气时,可用碳酸氢钠溶液漱口。吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。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急救。

6. 玻璃割伤的预防及处理

在实验操作时,易被碎玻璃割伤。避免玻璃割伤的最基本原则是切记勿对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或张力。按规则操作,不能强行扳、折玻璃仪器,特别是比较紧的磨口处。当玻璃部件插入橡皮或软木塞时,首先应检查孔径大小是否合适,然后将手握在玻璃部件靠近橡皮塞或软木塞的部位缓缓旋进。使用及清洗玻璃仪器时轻拿轻放,保证玻璃仪器的完整。注意玻璃仪器的边缘是否碎裂,小心使用。玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔消除棱角。

玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎粒,如有,应先把伤口处的玻璃碎粒取出,再用清水冲洗 10 min 以上,以便将残留的化学药品和一些碎的玻璃渣冲洗干净。若伤势不重,先进行简单的急救处理,如涂上万花油,再用纱布包扎,使其迅速止血,然后到医院治疗。若受伤严重,应使伤者躺下,保持安静,将受伤部位略抬高。可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧,减慢流血,压迫止血,千万不要用止血带或压脉器来止血,同时迅速拨打急救电话迅速救治。

7. 实验室常用急救用品

(1)消防器材包含:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、砂、石棉布、毛毡、棉胎和淋浴用的水龙头等。

(2)急救药箱包含:碘酒、红汞、紫药水、甘油、3% 双氧水、饱和硼酸溶液、2% 醋酸溶液、1% ~ 5% 碳酸氢钠溶液、70% 医用酒精、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、创可贴、棉签、纱布、胶布、绷带、医用剪刀、镊子、橡皮膏等。

8. 有机化学实验室废物的处理

有机化学实验常产生废气、废液和废渣(通称“三废”)。如不养成良好习惯,对“三废”乱弃、乱倒、乱扔,轻则堵塞下水道,重则腐蚀水管,污染环境,影响身体健康。因此一定要提倡环境保护,遵守国家的环保法规。有机实验室的废物可采用如下方法处理。

(1)所有实验废物应按固体、液体、有害、无害等分类收集于不同的容器中,对一些难处理的有害废物可送环保部门专门处理。

(2)少量的酸(如盐酸、硫酸、硝酸等)或碱(如氢氧化钠、氢氧化钾等)在倒入下水道之前必须被中和,并用水稀释。有机溶剂废液要回收到指定的带有标签的回收瓶或废液缸中集中处理。

(3)对无害的固体废物(如滤纸、碎玻璃、软木塞、沸石、氧化铝、硅胶等)可直接倒入普通的废物箱中,不应与其他有害固体废物相混。对有害固体废物应放入带有标签的广口瓶中。

(4)对易燃、易爆的废弃物(如金属钠)应由教师处理,学生切不可自主处理。对可能致癌的物质,处理起来应格外小心,避免与手接触。

四、有机化学实验常用玻璃仪器及装置

在有机化学实验中,经常要使用一些玻璃仪器和实验装置。熟悉所用仪器和装置的性能,掌握各种仪器和装置正确的使用方法以及维护方法,对实验者来说十分必要。

1. 常用玻璃仪器及用途

有机化学实验所用玻璃仪器一般分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两种。标准磨口是指接口部位的尺寸标准化,按统一标准加工成磨口,相同尺寸内外口可相互紧密连接,不需要橡胶塞和打孔,装配容易,拆洗方便。标准磨口玻璃仪器口径的大小,通常用数字编号来表示,该数字是指磨口最大端直径的毫米整数。常用的有10、14、19、24、29、34、40、50等。有时也用两组数字来表示,另一组数字表示磨口的长度。例如14/30,表示此磨口直径最大处为14 mm,磨口长度为30 mm。相同编号的磨口、磨塞可以直接连接。有时两个玻璃仪器,因磨口编号不同而无法直接连接时,可借助不同编号的转接头使之连接。下面分类介绍玻璃仪器的种类和用途。

1) 烧瓶

烧瓶能耐受较高温度,用于化学反应容器的回流加热和蒸馏液体等。根据外形可分为平底烧瓶、圆底烧瓶和梨形烧瓶(图1-1)。其中平底烧瓶不可用于减压蒸馏。梨形烧瓶是用于微量和半微量合成的反应瓶。烧瓶的口颈数有单口、二口、三口和四口,根据反应操作条件选择不同口颈数的烧瓶,如反应同时需要搅拌、回流、滴加反应物和测温时,要选择四口瓶,分别安装搅拌器、回流冷凝管、滴液漏斗和温度计。

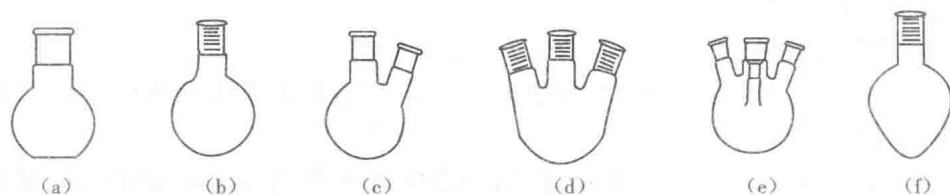


图1-1 烧瓶

(a)平底烧瓶;(b)圆底烧瓶;(c)二口烧瓶;(d)三口烧瓶;(e)四口烧瓶;(f)梨形烧瓶

2) 冷凝管和分馏柱(图1-2)

冷凝管适用于将热蒸气冷凝为液体,在有机化学实验中用于回流和蒸馏操作。

球形冷凝管:使用时夹套内通冷却水。由于其内管的冷却面积较大,对蒸气的冷凝效果较好,适用于需要加热回流的实验,也叫做回流冷凝管。

直形冷凝管:使用时夹套内通冷却水。用于物质的沸点小于 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的蒸馏操作实验。若沸点超过 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$,由于蒸气温度与冷却水温差较大,会导致冷凝管炸裂。

空气冷凝管:使用时不需要通水冷却。用于物质的沸点高于 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的蒸馏操作,代替直形冷凝管。

韦氏分馏柱,又称刺形分馏柱:每隔一段距离就有一组向下倾斜的刺状物,且各组刺状物

间是呈螺旋状排列的分馏管,用于分离沸点相差小于 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的液体混合物。

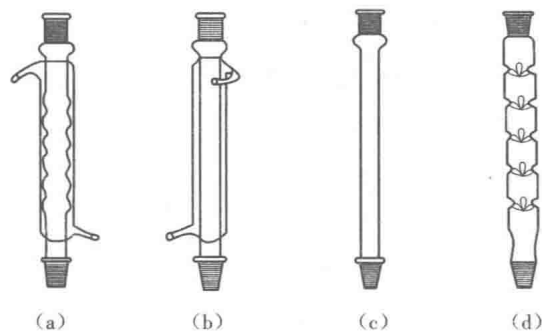


图 1-2 冷凝管和分馏柱

(a) 球形冷凝管; (b) 直形冷凝管; (c) 空气冷凝管; (d) 韦氏分馏柱

3) 漏斗(图 1-3)

长颈和短颈玻璃漏斗适用于普通过滤或反应加料;保温漏斗,也叫热过滤漏斗,用于需要保温的过滤,常用于重结晶热过滤操作,它是在普通漏斗的外面装上一个铜质的外壳,外壳中间装水,用煤气灯加热侧面的支管,以保持所需要的温度;布氏漏斗,是瓷质的多孔板漏斗,在减压过滤时使用;小型玻璃多孔板漏斗用于少量物质的减压过滤;砂芯漏斗,是玻璃砂烧结微孔板漏斗,用于减压过滤腐蚀或黏结滤纸的物料时使用,过滤时不需要铺滤纸;分液漏斗用于液体的萃取、洗涤和分离,也可用于滴加原料;恒压滴液漏斗用于合成反应实验的液体加料操作,也可用于简单的连续萃取操作;滴液漏斗,能把液体一滴一滴地加入到反应器中,漏斗的下端可浸没在液面下,从旋塞下端可看到滴加速度的快慢。

4) 接头及配件

图 1-4 接头和配件用于组装仪器时各部分间的连接件。

5) 其他常用玻璃仪器

图 1-5 仪器是化学实验室最常用的玻璃仪器。

6) 玻璃仪器使用注意事项

(1) 使用时,应轻拿轻放。

(2) 不能用明火直接加热玻璃仪器(试管除外),加热时应垫石棉网;不能用高温加热不耐热的玻璃仪器,如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等。

(3) 锥形瓶和平底烧瓶不能用于减压系统。

(4) 玻璃仪器使用后应及时清洗,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电吹风吹接口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌轻轻敲打黏结处。

(5) 带旋塞或具塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口的接触处夹放纸片,以防黏结。

(6) 标准磨口仪器磨口处要干净,不得粘有固体物质。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,甚至会损坏磨口。

(7) 安装仪器时,应做到横平竖直,磨口连接处不应受倾斜的应力,以免仪器破裂。

(8) 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

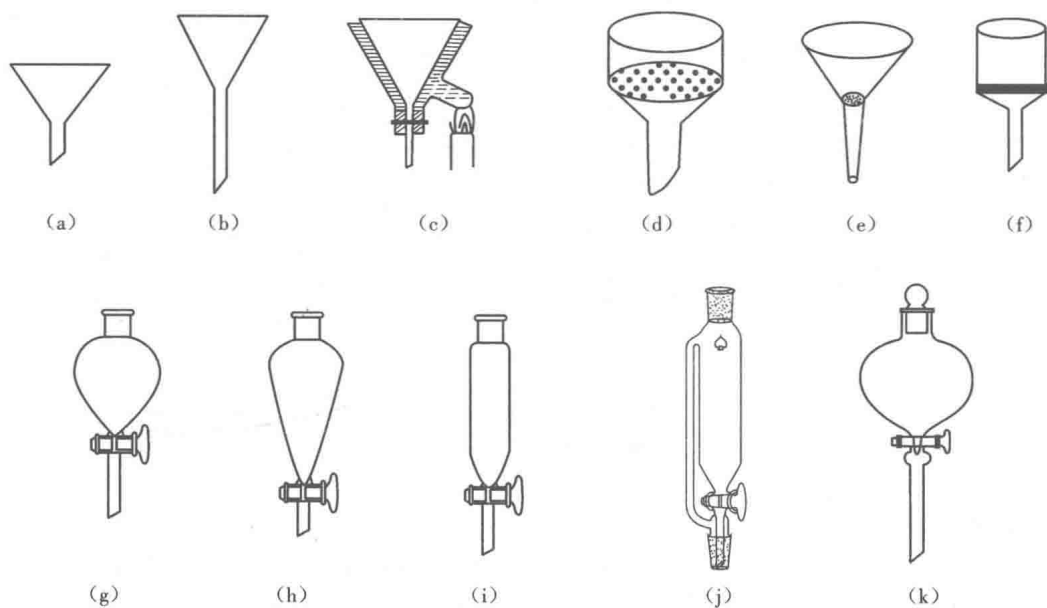


图 1-3 漏斗

(a)短颈玻璃漏斗;(b)长颈玻璃漏斗;(c)保温漏斗;(d)布氏漏斗;(e)小型玻璃多孔板漏斗;(f)砂芯漏斗;
(g)球形分液漏斗;(h)梨形分液漏斗;(i)筒形分液漏斗;(j)恒压滴液漏斗;(k)滴液漏斗

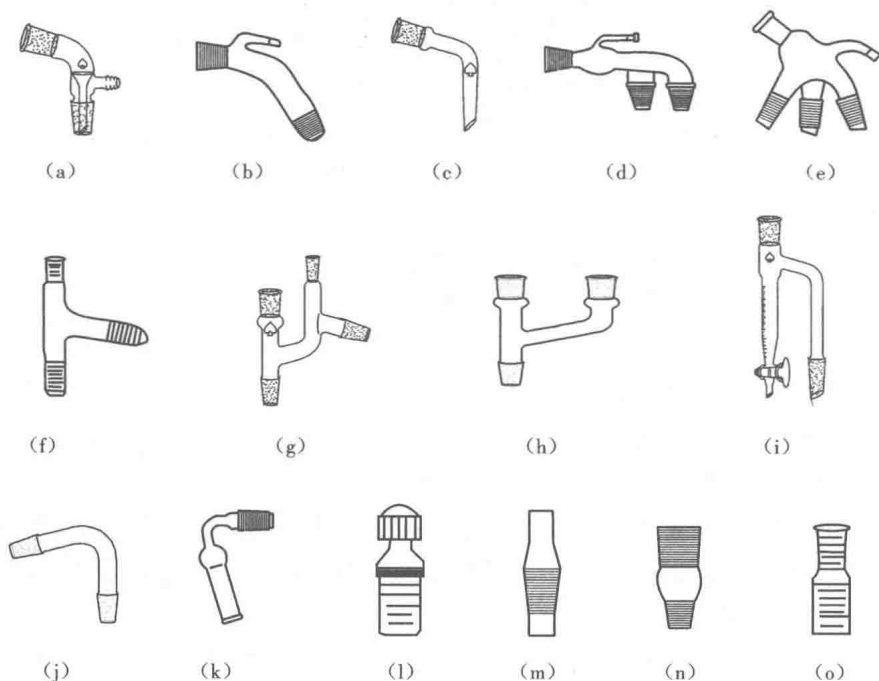


图 1-4 接头及配件

(a)真空接液管;(b)接液管(可接气体导管);(c)接液管;(d)双尾接液管;(e)三叉燕尾管;(f)蒸馏头;(g)克氏蒸馏头;
(h)Y形管;(i)分水器;(j)弯管;(k)干燥管;(l)温度计套管;(m)搅拌器套管;(n)转接头(小变大);(o)转接头(大变小)