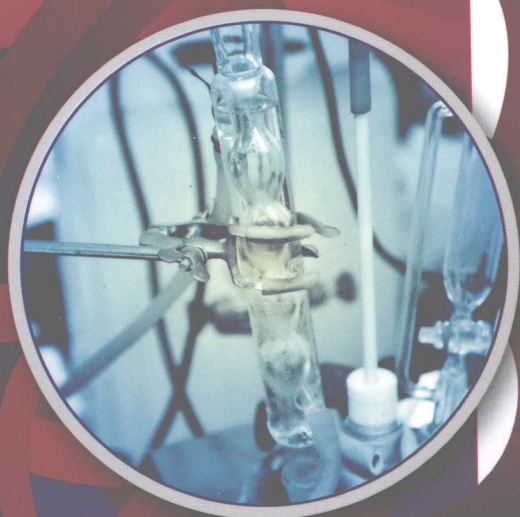


高等院校化学实验新体系系列教材

化学合成实验

HUAXUE HECHENG SHIYAN

沈 黉 石晓波 主编



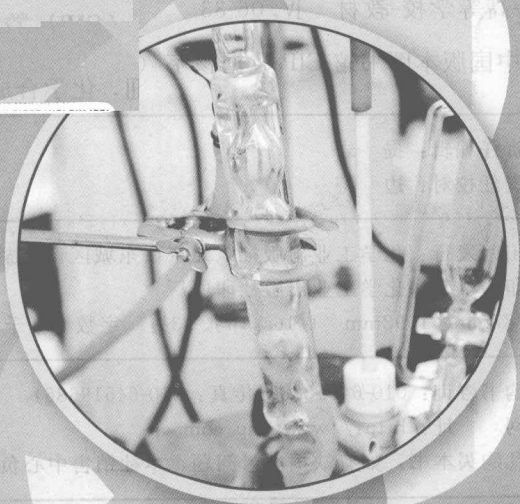
化学工业出版社

高等院校化学实验新体系系列教材

化学合成实验

HUAXUE HECHENG SHIYAN

沈 黉 石晓波 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本教材是“化学实验课程体系改革和实验内容创新研究”课题,广东省高等教育教学改革工程项目成果之一。教材立足于课程的整体性和基础性,着重于培养学生的综合素质和创新能力,将原来彼此独立、条块分割的无机化学合成实验和有机化学合成实验进行整合,形成一套全新的、与后续课程紧密联系的大学化学实验课程体系。全书共分为六部分:第一部分介绍化学合成实验的一般知识;第二部分介绍化合物合成的基本操作技术;第三部分介绍物质的分离和提纯;第四部分为基础合成实验,以经典的和有代表性的化学反应类型为主线,在加强合成实验训练、强化分离和纯化操作的指导思想下,根据无毒化、绿色化和实用化选编了33个实验,其中包括基础无机合成实验9个和基础有机合成实验24个;第五部分为综合性合成实验,编入了10个实验,其中有6个多步骤合成实验;第六部分选编了8个设计性合成实验。

本书可作为化学、应用化学、化工、制药、生物、环境等专业的教材,亦可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学合成实验/沈戮,石晓波主编. —北京:化学工业出版社,2010.3
(高等院校化学实验新体系系列教材)
ISBN 978-7-122-07584-0

I. 化… II. ①沈…②石… III. 化学合成-化学实验-高等学校-教材 IV. 06-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第018088号

责任编辑:提岩
责任校对:边涛

装帧设计:张辉

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)

印装:化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张13½ 字数339千字 2010年4月北京第1版第1次印刷

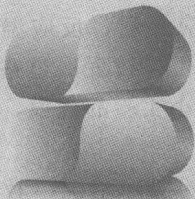
购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

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:27.00元

版权所有 违者必究



前言

本教材是“化学实验课程体系改革和实验内容创新研究”课题，广东省高等教育教学改革工程项目成果之一。教材立足于课程的整体性和基础性，将原来彼此独立、条块分割的无机化学合成实验和有机化学合成实验进行整合，形成一套全新的、与后续课程紧密联系的大学化学实验课程体系。教材名称的确定及内容的选择符合化学学科的发展规律。它既是教育教学改革的产物，也是在化学一级学科层面上组织化学实验课程的大胆尝试。通过《化学合成实验》的教学，不仅可以使学生学习到进行合成实验的基本知识、基本理论和基本操作技能，而且，应用多种实验技术和方法来研究化学反应、化合物的制备、分离和分析、性能和结构测试等，十分有利于学生实践能力、创新意识和综合素质的全面培养，为学生知识、能力和素质协调发展创造有利条件。

教材内容包括了以下几个方面：第一部分是化学合成实验的一般知识，较为系统和详细地介绍了必需的化学合成实验和进行化学研究的基本知识；第二部分是化合物合成的基本操作技术，介绍了与合成实验有关的技术，包括仪器的基本原理和构造，正确的使用方法、操作要点等，突出强调操作的规范性；第三部分为物质的分离和提纯，在加强合成实验训练、强化分离和纯化操作的指导思想下，根据无毒化、绿色化和实用化的原则，对近代化合物的分离、鉴定和提纯手段做了较详细的介绍；第四部分为基础合成实验，是本教材的核心部分，其中包括基础无机合成实验 9 个和基础有机合成实验 24 个，在内容选择上，以典型化学反应和有代表性实验为基础，融入一些应用及影响面广、内容较新的反应及新的合成方法；第五部分为综合性合成实验，编入了 10 个实验，其中有 6 个多步骤合成实验，这部分在取材上突出了综合训练和应用性，兼顾医药、农药、精细化工、食品卫生、材料等专业的教学需要，对多步反应的综合实验，有些是作为独立的实验给出，便于选做；第六部分为设计性合成实验，选编了不同层次的 8 个题目，给出了实验要点或思路，并附上相关文献，让学生自己设计、拟定具体实验步骤，经与老师讨论后，进行实验。希望通过这些设计实验，培养学生初步的科研能力和创新能力。这些设计实验也可以作为开放性实验供学生选用。

本书在编写时注意突出以下几点。

1. 重视基础。把化学基础知识、基本操作与技能的训练放在重要位置，对实验基本操作的要点作了较为详尽的介绍和指导，强调基本操作的规范性，注重方法论。为了加强对基本操作的严格训练，加深学生对操作原理和操作要点的理解，本书对不同的基本操作既有编写了相应实验，可以单独进行基本操作训练，又有将内容分散到各个相关实验中去介绍和学习，以便根据不同教学情况，使之融贯在整个合成实验中，力争从多角度对学生进行化学基础知识和基本技术的教育。

2. 合成实验中除了基础合成实验外，还有综合合成实验、多步骤合成实验和设计实验。

教材内容这样选择和安排体现了素质教育和创新能力与实践能力的培养。每个合成实验在介绍实验内容和知识背景材料之后，依次是仪器和药品、实验步骤、注释和思考题等内容，层次清晰鲜明。

3. 掌握合成反应的设计思路。了解主要反应物的投料摩尔比、反应介质、反应温度及反应时间。熟悉反应混合物分离的原理及方法。本着提倡绿色化学和走可持续发展道路的宗旨和精神，在用量上除了多步合成中保留一些中、常量实验外，尽量缩小实验的规模，采用小量或半微量形式。体现了当前化学实验改革的方向。

4. 注释详尽。考虑到实验独立设课和一些实验可能超前理论讲授的实际情况，教材对知识背景、合成原理的介绍、实验步骤的表述和注释尽量详实。这有利于提高实验者的操作自觉性，避免盲目性，培养把握实验全局的能力。利于发挥创新思想，提高实验成功率，减少失误。

5. 安全提示。在很多实验中都列有安全指南，以此规避实验风险，保护实验者的健康与安全，保障实验的安全顺利进行。

参加本书编写工作的有沈戮、石晓波、陈静、刘生桂等，沈戮负责全书的统稿和审定。由于编者水平有限，书中不妥之处敬请读者批评指正。

编 者
2010 年 1 月



1 化学合成实验的一般知识	1
1.1 实验室规则	1
1.2 实验室安全、事故预防与处理	2
1.2.1 实验室的安全守则	2
1.2.2 实验室事故的预防	2
1.2.3 事故的处理	4
1.2.4 急救器具	5
1.2.5 实验室“三废”的处理	5
1.3 化学合成实验常用仪器和设备	5
1.3.1 合成实验中常用的玻璃仪器	5
1.3.2 常用玻璃仪器的使用、洗涤和干燥	8
1.3.3 合成化学实验中常用的设备	9
1.4 实验的预习、记录和实验报告	14
1.4.1 实验预习	14
1.4.2 实验记录	15
1.4.3 实验报告的基本要求	16
1.5 化学合成实验常用数据参考书	18
2 化合物合成的基本操作技术	21
2.1 简单的玻璃工操作和塞子的配置	21
2.1.1 简单的玻璃工操作	21
2.1.2 塞子的配置和钻孔	24
2.2 化学合成实验常用装置	25
2.2.1 化学合成实验常用装置	25
2.2.2 仪器的装配原则	28
2.3 加热和冷却	28
2.3.1 加热技术	28
2.3.2 冷却技术	30
2.4 搅拌和振荡	31
2.4.1 手工搅拌或振荡	31
2.4.2 电动搅拌	32
2.4.3 磁力搅拌	33

2.5 干燥及干燥剂	34
2.5.1 气体的干燥	34
2.5.2 液体的干燥	35
2.5.3 固体的干燥	37
3 物质的分离和提纯	40
3.1 蒸馏和分馏	40
3.1.1 蒸馏	40
3.1.2 分馏	42
3.2 水蒸气蒸馏	44
3.2.1 水蒸气蒸馏适应范围	44
3.2.2 基本原理	45
3.2.3 仪器装置	45
3.2.4 水蒸气蒸馏的操作	47
3.3 减压蒸馏	47
3.3.1 基本原理	47
3.3.2 仪器装置	49
3.3.3 减压蒸馏的操作	51
3.4 过滤	52
3.4.1 过滤介质	52
3.4.2 过滤方法	53
3.5 升华	56
3.5.1 基本原理	57
3.5.2 升华操作	57
3.6 色谱分析	58
3.6.1 柱色谱	58
3.6.2 薄层色谱	61
3.6.3 纸色谱	64
4 基础合成实验	67
4.1 基础无机合成实验	67
实验1 硫酸铝钾的制备及其晶体的培养	67
实验2 四碘化锡的制备	69
实验3 硫代硫酸钠的制备及纯度的测定	70
实验4 磷酸一氢钠、磷酸二氢钠的制备及检验	71
实验5 一种钴(Ⅲ)配合物的制备及表征	73
实验6 十二钨磷酸的制备及其 IR 表征	75
实验7 由钛铁矿制取二氧化钛及其纯度的测定	77
实验8 醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备及纯度测定	79
实验9 由软锰矿制备 KMnO_4 及其纯度的测定	81
4.2 基础有机合成实验	83

实验 10	1-溴丁烷的制备	83
实验 11	正丁醚的制备	87
实验 12	环己烯的制备	89
实验 13	2-甲基-2-丁醇的制备	92
实验 14	环己酮的制备	95
实验 15	己二酸的制备	98
实验 16	Diels-Alder 反应	100
实验 17	2-硝基-1,3-苯二酚的制备	102
实验 18	2-叔丁基对苯二酚 (TBHQ, 食用抗氧化剂) 的制备	105
实验 19	苯乙酮的制备	107
实验 20	二苯甲酮 (甜味香料) 的制备 (烷基化法)	110
实验 21	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	113
实验 22	苯甲醇和苯甲酸的制备	115
实验 23	乙酸乙酯的制备	118
实验 24	水杨酸甲酯 (冬青油) 的制备	121
实验 25	乙酸异戊酯 (香蕉水) 的制备	122
实验 26	乙酰水杨酸 (阿司匹林, 解热镇痛药) 的制备	124
实验 27	肉桂酸的制备	127
实验 28	乙酰乙酸乙酯的制备	129
实验 29	甲基橙的制备	132
实验 30	乙酰苯胺的制备	135
实验 31	苯胺的制备	137
实验 32	安息香的辅酶合成	140
实验 33	脲醛树脂的合成	143
5	综合性合成实验	147
实验 34	硫酸四氨合铜 (II) 的制备及组成分析	147
实验 35	三草酸合铁 (III) 酸钾的合成及其组成的测定	149
实验 36	纳米材料的合成与表征	151
实验 37	镍-大环配合物合成和表征	153
实验 38	对氨基苯磺酰胺 (磺胺药物) 的制备	155
实验 39	7,7-二氯双环 [4.1.0] 庚烷	159
实验 40	2,4-二氯苯氧乙酸 (植物生长素) 的制备	162
实验 41	硝苯吡啶 (药物心痛定) 的制备	165
实验 42	苯佐卡因 (局部麻醉剂) 的制备	167
实验 43	双水杨醛缩乙二胺合铜 (II) 的合成及其催化氧化安息香	171
6	设计性合成实验	175
实验 44	由废铁屑制备硫酸亚铁铵	175
实验 45	碱式碳酸铜的制备	176
实验 46	邻苯二甲酸二丁酯 (增塑剂) 的制备	177

实验 47	甲基叔丁基醚（无铅汽油抗震剂）的制备	179
实验 48	二苯甲酮（甜味香料）的制备（酰基化法）	180
实验 49	<i>N,N</i> -二乙基-间甲苯甲酰胺（驱蚊剂）的制备	181
实验 50	用甘蔗渣制备 CMC-Na	183
实验 51	混合物的分离提纯	184
附录		185
附录 1	常用元素相对原子质量表	185
附录 2	常用酸碱溶液的质量分数及相对密度表	185
附录 3	常见共沸混合物组成表	188
附录 4	常用有机溶剂的沸点及相对密度表	190
附录 5	常用试剂的纯化	190
附录 6	危险化学品的使用知识	195
附录 7	常见有机化合物的物理常数	199
参考文献		207

1 化学合成实验的一般知识

1.1 实验室规则

化学合成是一种表现非凡创造力和具有挑战性的工作。它是利用廉价易得的化学原料和试剂，通过化学反应来制备各种化合物的过程。化学合成实验教学的目的是培养学生正确选择化合物的合成、分离与鉴定的方法以及分析和解决实验中所遇到问题的思维和动手能力。同时它也是培养学生理论联系实际，实事求是、严谨的科学态度，良好的工作习惯和创新能力的一个重要环节。为了保证化学合成实验课正常、有效、安全地进行，保证实验课的教学质量，学生必须严格遵守下列规则。

① 切实做好实验前的准备工作。必须认真阅读与本实验有关内容，做好预习，了解实验目的、原理、合成路线及实验过程中可能出现的问题，写出预习报告并查阅有关化合物的物理化学性质。

② 进入实验室时，应熟悉实验室环境。知道水、电、气总阀所处位置，灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。严格遵守实验室的安全守则、实验步骤中药品使用和操作的安全注意事项。要牢记意外事故发生时的处理方法及应变措施。

③ 常用仪器放入柜中，临时性增补仪器放在公共台面，各班同学轮流使用。每次实验前后要检查清点，如有缺少或破损应立即报告老师申请补发或更换，共同维护一套完整的仪器。

④ 不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室。实验时应遵守纪律，实验过程中不得喧哗，不得擅自离开实验岗位。实验室内不能吸烟和吃东西。一切实验药品均不得入口。实验结束，应仔细洗手。

⑤ 虚心听取教师的指导，不得随意改变实验步骤和方法，严格按照教材规定的步骤、仪器及试剂的用量和规格进行实验。若要以新的路线和方法进行实验，应征得教师的同意，才能更改。实验过程中若出现错误，不能随意结束实验，应积极主动请教教师，找出一个最佳的解决方案。

⑥ 实验中要认真观察实验现象，如实做好记录，不得任意修改、伪造或抄袭他人实验结果。实验完成后，需将实验记录交指导老师审阅、签字，若是合成实验，还需将产品交老师验收，并将产品回收统一保管。课后，按时提交符合要求的实验报告。

⑦ 随时保持实验台面的整洁和干燥，不是立即要用的仪器，应保存在柜内。需要放在台面上的仪器也应摆放得整齐有序。合理布局实验台面上的仪器装置，做到有条不紊。书包应放妥，不得放在台面上。

⑧ 爱护仪器，节约药品，节约使用水、电。公用仪器用完后，应放回原处，并保持原

样；药品取完后，及时将盖子盖好，保持药品台清洁。实验仪器和药品不得私自带出实验室。

⑨ 使用精密贵重仪器，应先了解其性能和操作方法，经老师认可后才能使用。出现问题，及时报告指导老师，不得随意处理。

⑩ 废酸和废碱应分别倒入指定的废液缸内，废溶剂要倒入指定的密封容器中统一处理。固体废物（如沸石、棉花、滤纸等）也不允许丢入水槽中或地面上，应放在实验台一固定处，实验完后一起清除丢入废物缸中。严防水银及毒物污染实验室，如发生意外事故应及时报告，在教师指导下采取应急措施，妥善处理。

⑪ 实验结束后，应将个人实验台面打扫干净，及时将仪器洗净，若有仪器损坏应办理登记赔偿；值日生打扫实验室，整理公用仪器和药品，把废物容器倒尽并洗刷干净。检查水、电、煤气及门窗，报告教师后方可离开实验室。



1.2 实验室安全、事故预防与处理



由于化学合成所用的药品、原料和溶剂多数有毒、可燃、有腐蚀性和挥发性，甚至有爆炸性。所用的仪器大部分是玻璃制品。特殊条件下，还需涉及高温高压和有毒气体，如使用高压釜、钢瓶等。所以，在化学合成实验室中工作，必须认识到实验室是潜在危险的场所，如果粗心大意，违反操作规定，就容易酿成事故，如割伤、烧伤，以致火灾、中毒和爆炸等。然而，只要我们重视安全问题，提高警惕，实验时严格遵守操作规程，加强安全措施，就能有效地防止事故发生，使实验正常进行。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

1.2.1 实验室的安全守则

- ① 设计合理的实验步骤，尽量选择反应条件温和的合成路线。
- ② 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥。
- ③ 实验过程中，不得离开岗位，仔细观察实验进行的情况，注意装置有无漏气和破裂等情况。
- ④ 当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。
- ⑤ 实验中所用药品，不得散失或丢弃。使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或吃食物。实验结束后要细心洗手。
- ⑥ 熟悉各种安全用具（如灭火器、砂箱、喷淋设备等）、急救药箱等的放置地点和使用方法，并注意妥善保管。不能移作它用。

1.2.2 实验室事故的预防

(1) 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的，着火是有机实验室常见的事故之一，为避免火灾，必须注意下列事项。

① 在使用易燃的有机溶剂时要特别注意，实验装置的安装应远离火源，勿将易燃液体化合物放置在敞开的容器（如烧杯）中加热。加热时应根据实验要求及易燃物的特点选择热源，当附近有露置的易燃溶剂时，切勿点火。实验室常见的易燃溶剂有乙醚、二硫化碳、己



烷、苯、甲苯、乙醇、丁醇、丙酮和乙酸乙酯等。

② 对低沸点易燃有机化合物应使用水浴进行加热，有时也可使用蒸汽浴或电热套装置。当可燃液体在加热蒸馏和回流时，应确保所有接头紧密且无张力。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 在明火几米的范围内勿将可燃溶剂从一个容器倒至另一容器。在进行易燃物质实验时，应养成先将酒精一类易燃的物质移开的习惯。

④ 绝不可以加热一个密封的实验装置，因为加热而导致装置内压力的增加会引起装置炸裂，引发火灾。

⑤ 用油浴加热回流或蒸馏时，必须十分注意避免由于水（特别是冷凝水）溅入热油浴中致使油溅到热源上而引起火灾的危险。

⑥ 凡进行放热反应时，应准备冷水或冷水浴。一旦发现反应失去控制时即能将反应器浸在冷水浴中冷却之。

⑦ 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。

(2) 爆炸的预防

对爆炸事故应以预防为主，一旦发生有爆炸的危险时，首先要镇静，然后再根据情况排除险情或及时撤离，并及时报警。一般预防爆炸的措施有以下几种。

① 实验装置、操作要求正确，不能造成密闭体系，应使装置与大气相连通。对反应过于剧烈的实验，应严格控制加料速率和反应温度，使反应缓慢进行。

② 减压蒸馏时，仪器装置必须正确，要用圆底烧瓶作接受器，不能用锥形烧瓶或平底烧瓶，否则，易发生爆炸。

③ 切勿使易燃易爆气体接近火源。有机溶剂如醚类和汽油一类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、电花而引起爆炸。

④ 使用乙醚等醚类有机物时，必须用亚铁氰化钾检查有无过氧化物存在，如果有过氧化物存在时，应用硫酸亚铁除去过氧化物，才能使用，以免发生爆炸。对于以过氧化物作引发剂的某些反应，在后续操作中应特别注意。同时使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行，且不能有明火。

⑤ 对于易爆炸的固体，如重金属乙炔化物、三硝基甲苯、苦味酸金属盐等，都不能重压或撞击，以免引起爆炸，残渣必须小心销毁。例如，炔化银、炔化亚铜可用酸使它分解而销毁。剩余的金属钠切勿投掷到水中，金属钠遇水将燃烧并爆炸，金属钠屑必须放在指定的地方。

(3) 玻璃割伤的预防

玻璃割伤是实验室常见的事故之一。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。

① 需要用玻璃管（棒）或温度计和塞子连接装置时，务必将手握在玻璃部件靠近橡皮或软木塞的部位，用力处不要离塞子太远。千万不能将手握在玻璃部件的拐弯部位，否则玻璃的拐弯处很容易断裂而割伤手。

② 新割断的玻璃管断口处特别锋利，使用时，要将断口处用火烧至熔化，使之光滑后方可使用。将玻璃管（棒）或温度计插入塞子时，首先应检查孔径大小是否合适，可使用水、甘油或其他润滑剂，并缓缓旋进，不可强行插入或拔出。

(4) 使用化学药品的注意事项

① 切勿让化学物品不必要地与皮肤接触，特别注意避免伤口及创伤部位与毒品接触。不要用诸如丙酮、酒精之类有机溶剂洗涤皮肤上的化学物品，因为这些溶剂能增加皮肤对化学物品的吸收速率。实验结束后应该认真洗手。

② 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，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。避免吸入化学物品，特别是有机溶剂的烟雾和蒸气。如果反应过程中产生有害气体（如氯化氢），则应安装有效的气体吸收装置。

③ 切勿尝试任何化学药品。

④ 化学物品一旦溅出，应立即采取相应的措施以清除溅出物。

⑤ 在使用化学药品前，应查阅相关资料，了解其毒性以及其他生理作用。

1.2.3 事故的处理

(1) 火灾的处理

实验室如果发生了着火事故，应沉着镇静并及时处理，一般采用如下措施。

① 防止火势扩展。立即熄灭附近所有火源，切断电源，移开附近所有未着火的易燃物。

② 根据火势立即灭火。若火势较小，可用湿抹布或石棉网盖熄，切勿用嘴去吹，如果没有其他危险，有时可任其烧完；若火势较大，可用砂来盖着火源；如着火面积大，应视不同情况使用不同的灭火器。有机溶剂着火，千万别用水浇，因为有机溶剂漂浮在水的上面，扩散更快，会引起更大的火灾；如果衣服着火，切勿奔跑，迅速用厚的外衣包裹使其熄灭。较严重者应躺在地上，以防火焰烧向头部，并用防火毯紧紧包住，使火熄灭，邻近人员也应协助灭火；电器着火，应立即切断电源，然后再用二氧化碳灭火器或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！），因为这些灭火剂不导电，不会使人触电，绝不能用水和泡沫灭火器灭火，否则易使人触电。

总之，当失火时，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。

(2) 高温和化学灼伤

人体暴露在外的部分（如皮肤）接触了高温、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。取用有腐蚀性化学药品时，应戴上橡皮手套和防护眼镜。一旦发生灼伤应视情况分别处理。

① 高温灼伤。用大量水冲洗后，在伤口上涂以烫伤油膏。

② 药品灼伤。皮肤上遭到药品灼伤应先用肥皂和大量水冲洗。对于酸灼伤，可用5%碳酸氢钠溶液洗净，再涂上烫伤油膏。若是碱灼伤，可用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤，再涂上油膏。溴灼伤应立即用水冲洗，以10%硫代硫酸钠浸渍，敷上烫伤油膏，包扎并求诊。眼睛遭到药品灼伤，应立即用洗眼杯盛大量水冲洗眼内眼外，如被酸灼伤，可用1%碳酸氢钠溶液清洗；如被碱灼伤也可用1%硼酸清洗。

上述各种急救法，仅为暂时减轻疼痛的初步处理。若伤势较重，在急救之后，应速送医院诊治。

(3) 中毒

如毒物已溅入口中，尚未咽下的应立即吐出，用大量水冲洗口腔。如已吞下，应查明药品的毒性性质，先作如下处理。

① 吞下酸。先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶，不要吃呕吐剂。

② 吞下碱。先饮大量水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶，不要吃呕吐剂。

③ 吞下刺激性及神经性毒物。先服用牛奶或鸡蛋白使之冲淡缓和，再服用硫酸镁溶液（约 10g 溶于 100mL）催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐。

④ 吸入气体中毒。将中毒者迅速搬到室外，解开衣领及纽扣，若是吸入氯气或溴气可用稀碳酸氢钠溶液漱口。在上述处理后，应立即送医院诊治。

(4) 玻璃割伤的处理

一旦发生玻璃割伤，应仔细检查，并及时处理。如果为一般轻伤，应及时挤出污血，用消毒过的镊子取出玻璃碎片，用蒸馏水洗净伤口涂上碘酒，再用绷带包扎；如果伤口较深，应立即用绷带在伤口上部约 10cm 处扎紧，使伤口停止出血，再速送医院诊治。

1.2.4 急救器具

实验室应配备防护眼罩、喷淋器或洗眼器、急救药箱和消防器材。

消防器材：干粉灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、砂、石棉布、毛毡、喷淋设备。

急救药箱内应准备下列药品：红药水、碘酒（3%）、双氧水（3%）、硼酸溶液（饱和）、醋酸溶液（2%）、碳酸氢钠溶液（5%）、氨水（5%）、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、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子等。

1.2.5 实验室“三废”的处理

化学实验中会经常产生一些有毒的气体、液体和固体，都需要及时排弃。一些物质、特别是某些剧毒的物质，如果不经处理直接排弃可能会污染周围环境，损害人体健康。因此，对废气、废液和废渣必须经过一定的处理后才能排弃。

对产生少量有害气体的实验应在通风橱内进行，使排出气在室外被大量空气稀释，以免污染室内空气。如 NO_2 、 H_2S 、 Cl_2 和 SO_2 等可被碱液吸收的有害气体，要经过碱液吸收其大部分后再排放。

废渣，特别是那些有毒的废渣，应掩埋于指定地点的地下，绝不可随意丢弃。化学合成实验更多的是废液。主要有两类废液，一类是具有酸碱性的洗涤废液，应收集在专用的废液缸中，经过滤、中和（ $\text{pH}6\sim8$ ）后排放。另一类是废有机溶剂，包括反应用的溶剂和重结晶用的溶剂。这部分有机废液要分类存放，一些可经蒸馏等纯化方法回收再利用。一些无法回收又污染环境的废有机溶剂也要经过专门处理后再排弃。



1.3 化学合成实验常用仪器和设备



1.3.1 合成实验中常用的玻璃仪器

玻璃仪器是进行化学合成实验时必备的、常用的仪器，按其口塞是否标准，分为标准磨口玻璃仪器及普通玻璃仪器两种，现分别介绍如下。

(1) 普通玻璃仪器

化学合成实验常用的玻璃仪器如图 1-1 所示。普通玻璃仪器的口径大小不一，安装时需用软木塞或橡皮塞连接。普通玻璃仪器使用时应注意以下几点。

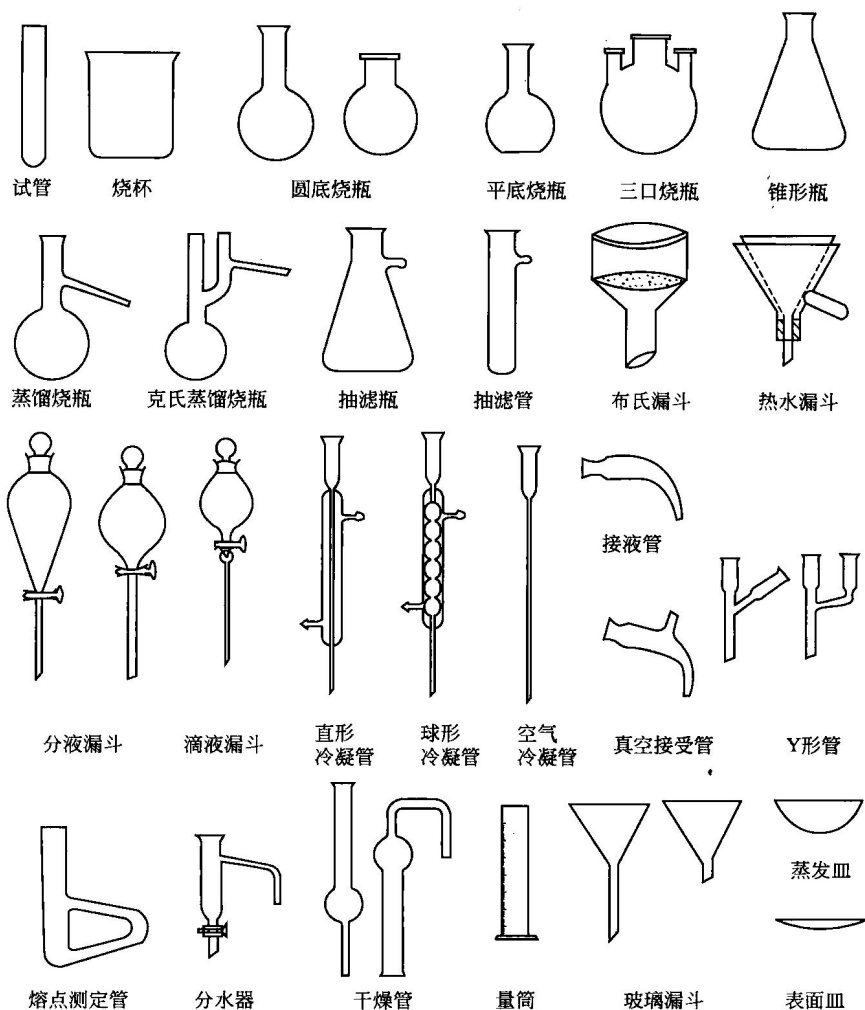


图 1-1 普通玻璃仪器

- ① 使用时，应轻拿轻放。
- ② 加热玻璃仪器（除试管等少数外）时要垫石棉网，不能用明火直接加热。
- ③ 抽滤瓶、量筒等厚壁玻璃仪器不耐热，不能作加热器皿使用，锥形瓶不耐压，不能用于减压操作中，有刻度的计量容器（如量杯、容量瓶、移液管、滴定管）不能放入烘箱内高温烘烤。
- ④ 分液漏斗的活塞和顶塞都是磨砂口的，若非原配的，就可能不严密，所以使用后一定要在活塞和顶塞的磨砂口间垫上纸片，以防粘住。
- ⑤ 温度计水银球部位的玻璃很薄，容易破损，使用时要特别小心。温度计不可作搅拌棒用，也不可用来测量超过刻度范围的温度，温度计用后要缓慢冷却，汞球不可以立即接触台面或铁板，更不允许马上用冷水冲洗，以免炸裂或汞柱断线。
- ⑥ 使用完玻璃仪器后，应及时清洗、晾干。

(2) 标准磨口玻璃仪器

目前在化学合成实验中广泛使用标准磨口玻璃仪器，这种仪器具有标准化、通用化和系列化的特点。用同一编号的磨口标准，可以使仪器的互换性、通用性强，安装与拆卸方便，仪器的利

用率高。利用不多的器件，可组合成多种功能的实验装置，提高工作效率，节省时间。

标准磨口仪器的每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的标志，表明规格。常用的编号有 10、12、14、19、24、29、34、40 等。这里的数字编号是指磨口最大端直径的毫米数，见表 1-1。

表 1-1 标准磨口玻璃仪器的编号与大端直径

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

相同编号的内外磨口可以相互紧密连接。有的磨口玻璃仪器也用两个数字表示磨口大小，例如 10/30 则表示磨口最大处直径为 10mm，磨口长度为 30mm。当两种玻璃仪器因磨口编号不同无法直接连接时，可用不同编号的大小口接头使之连接起来。这样便可根据需要进行选配和组装各种形式的配套仪器，既可免去配塞子、钻孔等手续，又可避免反应物或产物被橡皮塞（或软木塞）所玷污。常用的一些标准磨口玻璃仪器如图 1-2 所示。

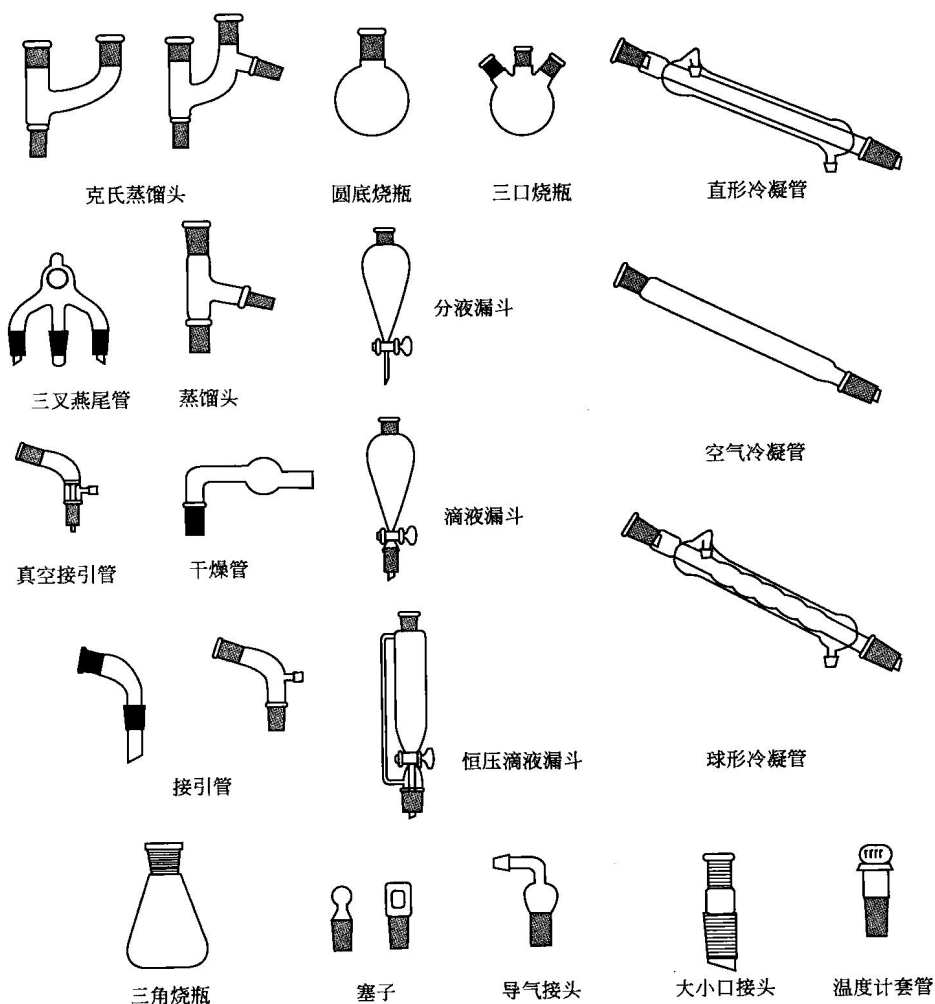


图 1-2 标准磨口玻璃仪器

磨口仪器因为价格较贵，使用时更应细心和爱护。标准磨口玻璃仪器使用时应注意的事

项如下。

① 磨口处必须洁净。若黏附有固体物,会使磨口对接不紧密,将导致漏气,甚至损坏磨口。

② 一般使用时,磨口不必涂抹润滑剂,以免黏附反应物或产物;若反应体系中有强碱,则应涂之,以防磨口连接处因受碱腐蚀粘牢而无法拆卸;如进行减压蒸馏时,磨口处应细心地涂上薄薄一圈真空脂以达到密封的效果。当从此磨口处倾出物料时,应先将润滑脂擦掉,以免物料受到污染。

③ 安装时把磨口和磨塞轻微地对旋连接,不宜用力过猛,不能在角度偏差时进行硬性装拆,否则,易导致仪器破裂或折断。

④ 磨口玻璃仪器使用后应及时拆卸洗净,放置时磨口处不要对接在一起,以防粘牢。若已粘牢难以拆开,可用热水煮黏结处或用热风吹磨口处,使其膨胀而脱落,还可使用木槌轻轻敲打黏结处。

1.3.2 常用玻璃仪器的使用、洗涤和干燥

(1) 常用玻璃仪器的应用范围

化学合成实验常用玻璃仪器的应用范围见表 1-2。

表 1-2 化学合成实验常用玻璃仪器的应用范围

仪器名称	应 用 范 围
圆底烧瓶	用于反应、回流、加热和蒸馏。根据液体体积选择规格,一般液体的体积应占容器体积的 1/3~2/3,进行减压蒸馏和水蒸气蒸馏时液体体积不得超过 1/2
三口烧瓶	用于反应,三口分别安装搅拌器、回流冷凝管及温度计等,大小选择与圆底烧瓶相同
球形冷凝管	用于回流。当反应液沸点较高时,可用直形冷凝管代替
直形冷凝管	用于蒸馏。蒸馏温度少于 140℃ 时使用
空气冷凝管	用于蒸馏。蒸馏温度超过 140℃ 时使用
刺形分馏柱	用于分馏多组分混合物
恒压滴液漏斗	用于反应体系内有压力时,顺利滴加液体
分液漏斗	用于溶液的萃取及分离
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏
克氏蒸馏头	用于减压蒸馏
布氏漏斗	用于减压过滤,瓷质,不能直接加热,滤纸要略小于漏斗的内径
抽滤瓶	用于减压过滤,与布氏漏斗配套使用
玻璃漏斗及玻璃钉	用于少量化合物的过滤,由普通漏斗和玻璃钉组成
接引管	用于常压蒸馏
真空接引管	可用于减压蒸馏,但减压蒸馏时最好用多头接引管
多头接引管	用于减压蒸馏
大小接头	用于连接不同口径的磨口玻璃仪器
锥形瓶	用于储存液体及少量溶液的加热,不能用于减压蒸馏
干燥管	内装干燥剂,用于无水反应装置
熔点(b形)管	用于测熔点
温度计	用于测量温度,一般选用比被测温度高 10~20℃ 量程的温度计
温度计套管	用于蒸馏时套接温度计

(2) 玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器上沾染的污物会干扰反应进程、影响反应速率、增加副产物的生成和分离纯化的困难,也会影响产品的产率和质量,情况严重时还可能遏制反应而得不到产品,所以使用清洁的实验仪器是实验成功的重要条件,也是化学工作者应有的良好习惯。实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤。因为此时污物和玻璃表面尚未黏合得十分紧密,且污垢的性质在当时是清楚的,用适当的方法进行洗涤是容易办到的。一旦放置一段时间,清洗就要困难得多。玻璃仪器的洗涤主要有如下几种方法。

