



中国科学院教材建设专家委员会规划教材
全国高等院校医学实验教学规划教材

有机化学实验

第2版

主 编 陈 琳 孙福强



科学出版社

中国科学院教材建设专家委员会规划教材

全国高等院校医学实验教学规划教材

有机化学实验

第2版

主 编 陈 琳 孙福强

副主编 张精安 关 丽 程向晖

编 委 (按姓氏笔画排序)

王秀珍 广东药科大学

刘 意 广东药科大学

关 丽 广东药科大学

孙福强 广东药科大学

杨宝芸 广东药科大学

吴爱平 广州医科大学

宋 健 广东药科大学

张淑婷 华南农业大学

张精安 广东药科大学

陈 琳 广东药科大学

高 伟 广东药科大学

程向晖 包头医学院

谢蓉蓉 广东药科大学

谭培江 广东药科大学

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本教材具有厚基础、宽专业、适应性广的特点,内容包括有机化学实验基础知识、有机化学实验基本技术、有机化学实验基本操作、有机化合物的基本制备、天然有机化合物的分离与提取、有机化合物的性质与鉴定、综合性实验、设计性及研究性实验、高等有机合成实验技术及附录。全书共选编各类实验 51 个,对有机化学实验基础知识及基本操作技能进行了翔实叙述,强化了传统有机化学实验技术的训练,同时也编排了 4 个目标分子的多步合成综合实验及 6 个设计性、研究性实验,重在知识的运用及提高,培养学生的创新能力。

本教材可作为高等医药类院校药学、制药工程、药物化学、药物分析、药物制剂、中药学、中药制药、预防医学、临床医学、临床检验、中医学、中西医结合、生命科学、生物技术、生物信息等专业及相近专业不同层次学生的教学用书,也可作为从事有机化学、药物化学及天然药物化学实验工作人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 陈琳,孙福强主编.—2 版.—北京:科学出版社,2017.1
中国科学院教材建设专家委员会规划教材·全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-048886-2

I. ①有… II. ①陈… ②孙… III. ①有机化学-化学实验-医学院校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 136593 号

责任编辑:赵炜炜 胡治国 / 责任校对:彭 涛

责任印制:赵 博 / 封面设计:陈 敬

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

保定市中国画美凯印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013 年 9 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2017 年 1 月第 二 版 印张:16

2017 年 1 月第三次印刷 字数:312 000

定价:49.80 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

有机化学实验是化学、应用化学、化工、材料、环境科学和药学等专业学生的必修课程之一，实践性很强。有机化学实验课立足于培养学生的实验技术和技能，同时也担负着培养学生独立进行科学实验的能力及创新思维的重任；既要配合有机化学理论课的教学，又要有相对的独立性和系统性。随着 21 世纪我国高等教育的快速发展，教育部对高等教育的质量提出了更高的要求，也更加注重学生实践能力的培养。在《关于全面提高高等教育质量若干意见》（教高〔2012〕4 号）中，专门列出了“强化实践育人环节”的条款，将强化实践教学列为我国高校教学改革三大亮点之一。为此，越来越多的院校将有机化学实验独立设置为一门课程，而不是理论课的附属。为了适应不断改革、发展的有机化学实验教学工作及实践育人工作的需要，我们在原教材的基础上，结合各参编院校的教学改革成果及多年的教学实践经验，同时也参考了国内同类实验教材的先进内容，重新编写了本教材。

本教材内容分为九章及附录。前三章主要是有机化学实验的基础知识及基本操作。为透彻阐述有机化学实验基本操作理论，避免重复，在第二章系统地介绍了有机化学实验常用的一些重要操作原理和技术，可为后续的实验奠定基础；第三章有机化学实验基本操作，是对基本操作技术的实际训练及补充，只讲述具体的操作要领，不再过多涉及原理；第四章为有机化合物的基本制备实验，以典型的、重要的、有代表性的传统有机化学反应为主要内容，是对理论课学习的重要补充，也是加深理解理论课内容的重要手段；第五章为天然有机化合物的分离与提取，这是有机化学实验的重要组成部分；第六章为有机化合物的性质与鉴定；第七章及第八章为复合性及开放性实验，包括综合性实验、设计性实验和研究性实验三种类型，重在综合运用和提高；随着有机化学实验技术的不断发展，新反应、新技术、新方法、新成果不断涌现，为了开阔视野、反映前沿，在第九章对高等有机化学合成实验技术及一些创新实验方法进行简介；附录中提供了一些特殊试剂的配制、常用溶剂的纯化和使用方法，并附有多个实用性表格。

修订后的教材保持了原教材的基本特色，但更具适用性、现代性及

开放性,更加注重学生的参与性及创新精神的培养。使本教材既适用于正常的教学模式,也可用于开放实验的教学。

此次再版具体在以下几方面做了修订、增补和调整。

1. 在教材整体结构上作了一些调整,使章节分配更加细化,增设了天然有机化合物的分离与提取部分,有利于有的放矢地选择实验。与第一版相比,第二章“有机化学实验基本技术”的内容更加翔实,除了增补新内容外,还增加及更新了部分图表及插图。

2. 在实验内容上进行精选,推陈出新。剔除了陈旧、过时和过于简单的实验,增加提高性实验的比例,以利于学生的实践和创新能力的培养;将常规实验与小量、半微量实验结合编写,突出绿色化学理念及实践,并对第一章中的“有机化学实验常用玻璃仪器和设备、有机化学实验部分常用设备、手册查阅和有机化学文献简介”等内容进行了修订和补充。

3. 在强化有机化学实验基础知识及基本实验操作技能,确保学生能够规范、正确、熟练地进行基本实验操作的基础上,特别注重引入一些现代合成技术,如超声波辐射、生物催化不对称合成、固态反应、相转移催化、离子液体催化及高压反应等,尽可能体现当代有机化学实验的发展成果。

参加本教材编写工作的人员分工如下:第一章及第二章由张精安、张淑婷、吴爱平编写;第三章由谭培汉、刘意共同编写;第四章由谢蓉蓉、高伟、杨宝芸和王秀珍共同编写;第五章由陈琳编写;第六章由孙福强编写;第七章由宋健和关丽共同编写;第八章由高伟、杨宝芸、孙福强共同编写;第九章及附录由陈琳、程向晖共同编写。全文由陈琳负责统一整理定稿。

教材编写过程中,得到广东药科大学、华南农业大学、广州医科大学、包头医学院及科学出版社等单位的大力支持与帮助,广东药科大学的有机化学同行们对本教材的编写提出了宝贵的意见,在此一并致以衷心感谢!

限于编者水平,教材中难免存在不足之处,恳请专家及读者不吝赐教。

编者

2016年5月

目 录

第一章 有机化学实验基础知识	1
第一节 有机化学实验室规则	1
第二节 有机化学实验室安全常识	1
第三节 有机化学实验常用玻璃仪器和设备	8
第四节 手册查阅和有机化学文献简介	17
第五节 实验预习、记录及实验报告的书写	26
第二章 有机化学实验基本技术	33
第一节 简单玻璃工操作	33
第二节 塞子钻孔	35
第三节 加热及冷却	37
第四节 回流与气体吸收	39
第五节 搅拌与搅拌器	41
第六节 萃取与洗涤	42
第七节 干燥及干燥剂	45
第八节 重结晶及过滤	50
第九节 升华	55
第十节 蒸馏	55
第十一节 简单分馏	64
第十二节 色谱法	65
第三章 有机化学实验基本操作	77
实验 1 乙醇的常压蒸馏	77
实验 2 呋喃甲醛的减压蒸馏	78
实验 3 冬青油的水蒸气蒸馏	80
实验 4 乙醇水混合物的分馏	81

实验 5 乙酸的萃取及盐析效应	82
实验 6 乙酰苯胺的重结晶	84
实验 7 熔点测定及温度计的校正	85
实验 8 微量法测定有机化合物沸点	89
实验 9 液态有机化合物折射率的测定	90
实验 10 旋光性物质的旋光度测定	93
实验 11 薄层色谱法分离和鉴定镇痛药片 APC 的组分	96
第四章 有机化合物的基本制备	99
实验 12 环己烯的制备	99
实验 13 正溴丁烷的制备	102
实验 14 正丁醚的制备	106
实验 15 2-甲基-2-己醇的制备	109
实验 16 苯乙酮的制备	112
实验 17 己二酸的制备	115
实验 18 乙酸乙酯的制备	118
实验 19 乙酸正丁酯的制备	122
实验 20 乙酸异戊酯的制备	124
实验 21 乙酰苯胺的制备	126
实验 22 甲基橙的制备	128
实验 23 发酵法制备乙醇	131
实验 24 苯并咪唑的制备	135
实验 25 (S)-(+)-3-羟基丁酸乙酯的生物催化合成	137
第五章 天然有机化合物的分离与提取	140
实验 26 红辣椒中辣椒红色素的提取	140
实验 27 从茶叶中分离咖啡因	141
实验 28 菠菜叶色素的柱色谱分离	143
实验 29 头发蛋白中部分氨基酸的分离和鉴定	146
第六章 有机化合物的性质与鉴定	150
实验 30 有机化合物的元素定性分析	150
实验 31 烃的化学性质	154

实验 32 醇、酚、醚的化学性质	156
实验 33 醛和酮的化学性质	159
实验 34 羧酸的化学性质	161
实验 35 羧酸衍生物和取代羧酸的化学性质	163
实验 36 糖的化学性质	165
实验 37 胺和尿素的化学性质	168
实验 38 氨基酸和蛋白质的化学性质	170
第七章 综合性实验	174
实验 39 香豆素-3-羧酸的制备	174
实验 40 外消旋苦杏仁酸的制备与拆分	177
实验 41 昆虫信息素——2-庚酮的制备	182
实验 42 局部麻醉剂——苯佐卡因的制备	190
实验 43 青蒿素的提取、纯化与鉴定	195
第八章 设计性及研究性实验	201
实验 44 多组分混合物的分离	201
实验 45 未知有机化合物的鉴别	203
实验 46 经典的解热镇痛药——阿司匹林的制备	206
实验 47 离子液体的制备及在有机合成中的应用	207
实验 48 药物中间体 3-(2,5-二甲基苯氧基)-1-氯丙烷的制备及反应过程 跟踪	209
实验 49 乙酸异戊酯制备的实验条件研究	211
第九章 高等有机合成实验技术	213
第一节 反应装置与设备	213
第二节 有机实验室特殊操作	222
第三节 现代有机实验操作技术	229
实验 50 超声波辐射合成对硝基苯甲酸乙酯	232
实验 51 无溶剂条件下肉桂醛的 Cannizzaro 反应	234
参考文献	237
附录	238
附录 1 特殊试剂的配制	238

附录 2 常用有机溶剂的纯化·····	239
附录 3 有机类实验废弃物的处理·····	242
附录 4 常用元素的相对原子质量表·····	244
附录 5 常用希腊字母和读音·····	244
附录 6 重结晶常用溶剂·····	244
附录 7 水的饱和蒸气压·····	246
附录 8 常用酸碱溶液的浓度及相对密度·····	246



第一章 有机化学实验基础知识

第一节 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验能正常顺利地进行,培养学生良好的实验作风和严谨的科学态度,达到预期的实验目的,学生必须遵守如下实验室规则。

1. 实验前必须认真预习有关实验内容。通过预习,明确实验目的、实验要求及实验的基本原理,了解实验的主要步骤、基本操作方法、使用的基本仪器及装置、实验过程中主要注意事项,并写好实验预习报告,安排好实验计划。未达到预习要求者,不得进行实验。

2. 遵守实验室的各项规章制度和纪律。准时进入实验室,不得迟到或早退。实验过程中要保持安静和良好的秩序,不得进行与实验无关的活动。实验过程中不得擅自离实验岗位。

3. 严格按照操作规程进行实验。听从实验教师和实验室工作人员的指导。未经指导教师允许,学生不得擅自改变药品用量和实验内容。重新开始实验必须经指导教师同意后,方可实行。

4. 实验过程中应认真仔细地操作,细致入微地观察实验现象,并养成边进行实验,边实事求是地记录实验现象和实验结果的习惯。实验结束后,应将实验记录本交由指导教师签阅。

5. 爱护公物。公用药品、仪器和器材应在指定的地点使用,或用后及时放回指定地点并保持整洁。若有实验仪器损坏,要办理登记换领手续,并按学校相关制度执行。未经允许,不得将实验室的任何物品携带出室外他用。

6. 保持实验室整洁。实验时做到实验桌面整洁,地面、水槽和仪器清洁。实验完毕,应及时将实验台整理干净。并清洗、整理仪器,检查安全措施是否到位,经教师允许后方可离开实验室。

7. 做实验的同学应轮流值日。值日生的职责为整理公用仪器、药品并打扫实验室;清倒废物桶;检查水、电、煤气等的开关是否关闭,关好门窗,最后离开实验室。

第二节 有机化学实验室安全常识

安全进行实验是有机化学实验的根本要求,所以,进行有机化学实验,首先必须高度重视实验室的安全问题。为了预防事故的发生,确保实验能顺利进行,

实验时要熟悉有机实验室一般安全常识并切实遵守实验室安全规则。

有机化学实验中,经常要使用一些易燃易爆的溶剂(如乙醇、乙醚等)、气体(如氢气)和药品(如乙炔银),以及有毒的药品(如氰化钠)和腐蚀性药品(如氯磺酸、烧碱)等,这些溶剂和药品如果使用不当,就有可能引起着火、爆炸、中毒甚至伤亡等严重事故。此外,易碎的玻璃仪器,以及自来水、电器设备等使用不当,也可能发生事故。一旦发生严重事故,不但危及本人及他人的人身安全,还会给国家财产带来不可估量的损失。因此,进行有机化学实验时,一定要确保安全第一。虽然实验过程中有危险因素的存在,但只要实验者思想上高度重视,加强安全防范意识,落实安全防范措施,实验时集中注意力,认真仔细地操作,严格执行操作规程,就一定可以避免事故的发生,实验工作就能顺利完成。为了防患于未然,实验者在进入实验室之前,必须熟悉实验室的一般安全知识,掌握一般事故的处理方法,实验过程中应当严格遵守实验室安全规则。

一、有机化学实验室安全规则

1. 安全至上,实验前应认真做好预习及一切准备工作。进入实验室前,应事先穿好实验服,束好长发,不准穿拖鞋或凉鞋、短裤或短裙进入实验室,也不准将饮料、食品等物品带入实验室。进入实验室后,应首先熟悉实验室内水、电、煤气等开关的位置,以及灭火器材的放置地点和使用方法。如有意外事故发生,首先要保持镇静,及时采取必要的应急措施,并立即报请教师处理。

2. 安装仪器前,应注意先检查所用仪器是否完好无损、有无缺少。如果有缺少或损坏,应及时报告给准备实验的老师进行处理。安装仪器时,先将铁架台放在合适的位置,选好热源,按照从下往上、从左到右(或从右到左)的顺序依次安装。安装完毕后,还要检查装置是否正确和稳妥(尤其是要检查气密性),搭好的装置要做到横平竖直,所有仪器的重心都要位于同一平面上,并征得指导教师同意后方可进行实验。

3. 实验过程中,思想要集中,操作要认真,除了及时做好实验记录外,还应随时注意观察反应是否正常进行、装置有无漏气、仪器有无破损。应安排好实验时间,按时结束实验。

4. 规范操作。当进行某些有一定危险的实验时,应根据实验的具体情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜(不要戴隐形眼镜)、面罩及橡皮手套或设置防护屏等。如果进行有毒或有刺激性气体产生的实验,应在通风橱内进行。

5. 实验所用的药品不得随意散失和丢弃,实验过程中所生成的有害气体及有毒物质,也应严格按照规定处理,以免污染环境。

6. 公用仪器及药品使用后应立即归还原处。实验过程中,要爱护公物,节约水、电、煤气及消耗性物品,严格药品用量。注意取用试剂后要及时盖好试剂瓶盖,不要乱放,避免弄错或试剂吸潮。多余的试剂(或用后的药品)不得倒回原试

剂瓶中,以免污染试剂,更不得倒入水槽。

7. 实验前必须做到熟悉所用药品和仪器的性能及仪器的装配要点,熟悉实验室各种钢瓶的标记,切忌弄错。

8. 保持整洁。废弃的物品放到指定的废弃缸内,实验试剂不得入口,严禁在实验室吸烟及饮食。

二、有机化学实验室常见事故的预防和处理

有机化学实验事故发生率较高,恶性事故也时有发生。为预防和减少实验事故的发生及在万一发生事故能及时正确地处理,并尽可能地减轻事故的危害和损失,必须熟悉常见事故的发生原因、预防办法及处置措施。实验室中常见的事故有火灾、爆炸、中毒、灼伤、触电及大量溢水等。

(一)火灾与急救

有机化学实验中使用的原料、溶剂大多数是易挥发和易燃的,很多在室温时具有较大的蒸气压(特别是低沸点的溶剂)。当空气中混杂的易燃溶剂蒸气或易燃易爆气体的浓度在其爆炸极限范围内,且室温又在其闪点温度以上时,一旦遇到明火或火星,就会立即爆炸,甚至酿成火灾。很多时候有机实验室中要用酒精灯、电炉等仪器进行加热,各种电器的使用也往往会产生电火花。所以着火燃烧是有机实验室发生率较高的实验事故。

1. 常见的一些着火燃烧的情形

(1) 在烧杯或蒸发皿等敞口容器中加热有机液体,可燃的蒸气遇明火会引起燃烧。

(2) 回流或蒸馏操作中未加沸石,一旦引起暴沸,液体冲出瓶外会被明火点燃。

(3) 用直火加热装有液体有机物的烧瓶,因加热不均匀有时会引起烧瓶破裂,液体逸出而被点燃。

(4) 在倾倒或量取有机液体时不小心将液体洒出瓶外并被明火点燃。

(5) 盛放有机液体的瓶子长期不加盖,致使蒸气不断挥发逸出,因其比空气重,会下沉流动聚集于地面低洼处,如遇到随意丢弃的未熄灭的火柴头、烟蒂等会引起燃烧。

(6) 将废弃溶剂等倒入废物缸中,使其蒸气大量挥发,被明火点燃。

(7) 使用金属钠或其他遇水易燃物时,不小心使之接触到水或潮湿的台面、抹布等引起燃烧。

此外,由于多数有机合成反应经常需要加热,如热源选择不当或装置安装不规范时,也容易引起火灾。因此,对有机实验室来说防火显得十分重要。

2. 火灾的预防 实验者在进行实验前必须对所用到的试剂、溶剂等有尽可能详尽的了解。一般化合物的闪点越低,越易燃烧,若同时其沸点也较低(挥发性大),使用时就更应加倍小心。预防火灾发生的主要措施有如下几种。

(1) 实验装置一定要正确安装, 操作必须规范。

(2) 火源应与易燃有机物离得尽可能远些。切不可将易燃有机物放在敞口容器内, 应盛放在密闭的塞紧瓶口的容器中, 以防止其蒸气外逸, 存放于阴凉干燥处妥善保存, 不得靠近火源。数量较大的易燃有机溶剂不能存放在实验室中, 应存放在指定的危险药品仓库内, 注意不得将易燃有机物与一些强氧化剂(如高锰酸钾、浓硝酸)放在一起。

(3) 不得用明火直接加热盛有易燃有机物的烧瓶, 应根据液体的沸点选用合适的热源(水浴、油浴、砂浴、电炉垫上石棉网或使用电热套), 同时根据具体情况选用合适的冷凝方式(水或空气)。如使用油浴加热, 还应防止水滴入油浴中使油溅到热源上着火。

若使用高温油浴(如高温硅油)长时间高温加热时, 实验人员不得离开实验室, 以便火灾发生时可及时处理。

(4) 蒸馏或回流易挥发、易燃液体时, 应注意检查各接口处是否漏气, 玻璃仪器是否完好, 但整个系统不可密封。加热前应加助沸剂(1~2粒沸石、素烧瓷片或瓷环), 防止暴沸引起液体逸出而引起火灾。若加热后发现忘加沸石, 应先停止加热, 待瓶内液体稍冷后才可补加, 切不可直接补加(尤其是液体已近沸腾时)。在用有机溶剂重结晶并用活性炭脱色时, 同样在加入活性炭之前, 要使液体稍冷后才可进行。

(5) 大量处理可燃性液体时, 要在通风橱或指定地点进行, 室内不得有火源。易燃易挥发的有机溶剂不得倒入敞口的废物缸内, 要设法回收或装入指定的试剂瓶中。一般少量的废弃溶剂要集中处理, 极少量的废弃溶剂可倒入水槽用水冲走(含金属钠或与水猛烈反应的残渣及有毒的有机溶剂除外)。切忌将燃着的或带有火星的火柴头等杂物乱扔或投入废物桶(或废液缸)中。

(6) 使用易燃易爆气体(如乙炔、氢气或臭氧等)时, 室内应严禁明火, 防止一切火星的发生并保持空气畅通。

(7) 金属钠、钾及氢化铝锂等物质遇水易爆炸燃烧, 应保存在烃类物质(如煤油或液体石蜡)及密闭容器中, 切勿露置在空气中。此外, 黄磷等露置空气中可发生自燃, 必须先保存在盛水的玻璃瓶中, 再放入金属筒中, 不要直接放在金属筒中, 以免腐蚀。

(8) 平时要经常检查煤气开关及其橡皮管等是否完好。实验人员离开实验室之前应关闭电源总闸。

3. 火灾的一般处置原则与措施 一旦火灾发生, 全室人员首先应沉着、冷静, 不可惊慌失措。根据起火原因, 及时采取各种相应措施, 以控制火势, 防止其扩大, 从而减少事故的损失。其次, 立即关掉煤气开关; 切断电源, 迅速移开着火点周围未着火的可燃物品。再根据易燃物的性质和火势大小作不同处置, 设法扑灭火源。

(1) 失火初期, 火势不大时, 不得用口吹, 应使用湿抹布(或湿毛毯)、石棉毯

或防火砂等灭火,必要时可使用灭火器灭火。热溶剂挥发出的蒸气在瓶口处燃烧,可用湿抹布盖熄;若仅有少量液体溅在实验台面上燃烧,在移开周围可燃物后,可任其烧完,一般在 1min 之内自行熄灭而不会烧坏台面;若液体稍多,可用防火砂、湿抹布或石棉布盖熄;当火势较大时,则需用灭火器喷熄。反应容器内着火时,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭。如实验者身上的衣服着火,切不可带火奔跑,以免火势扩大,可用石棉毯或湿毛毯包裹起来,也可以在地上缓缓滚动灭火。

(2) 有机物着火,一般不得用水去灭火,因有机物会浮在水面上继续燃烧并随水的流动迅速扩散,除非着火的有机物极易溶于水,且火势不大时,才可用水来灭火。

(3) 如油类着火,切忌用水灭火。可用防火砂或灭火器灭火。有时也可撒上干燥的固体碳酸钠(或碳酸氢钠)粉末,就可扑灭。

(4) 如电器着火,必须先切断电源,用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火(注意四氯化碳蒸气有毒,在空气流通不良的地方使用有危险)。绝不能用水和泡沫灭火器去灭火。灭火时,应把灭火器的喷出口对准火焰的底部,从火的四周向中心扑灭。

(5) 金属钾或金属钠着火也不可用灭火器扑灭,更不能用水,只能用砂或石棉毯盖熄。

(6) 如实验室一时不具备以上灭火器材时,可将实验室常用的碳酸钠或碳酸氢钠固体倒在火焰上将火扑灭。

虽然实验室易发生火灾,但只要实验者重视实验安全,集中思想,严格操作,火灾事故是可以预防的。

(二) 防爆与急救

除易燃之外,一些有机物也易爆炸。所以,防爆是有机化学实验中又一重要措施。

1. 实验时一些易导致爆炸发生的情形

(1) 反应剧烈放热且有大量气体放出时(如高锰酸钾与浓硫酸混合制氧气和臭氧)。

(2) 易燃气体(如乙炔)或易燃液体(如乙醚)的蒸气与空气相混合,处于一定的浓度范围之内,遇到明火即可发生爆炸,此浓度范围称为该气体或液体的爆炸极限,亦称爆燃极限。例如,乙醚爆炸极限为 1.85%~48%,说明乙醚在此浓度范围内遇明火会爆炸,但超过该浓度就只能被明火点燃而平静地燃烧,低于该浓度则不能被明火点燃,自然也不会爆炸。一般来说,有机物的爆炸极限的范围越宽,爆炸的危险性就越大。

(3) 某些溶剂(如乙醚、二氧六环、四氢呋喃、共轭多烯等)在久置过程中,受光照或氧气的作用,会有沸点较高、爆炸性较强的过氧化物生成,如使用前未检验和除去,在蒸馏过程中会因过氧化物浓度的不断增加,发生爆炸的危险也不断增大;一些有机物(如乙炔银、硝酸酯、多硝基化合物、叠氮化物、干燥重氮盐等)受到碰撞或较高温度加热时也会有爆炸发生。

(4) 常压蒸馏或回流操作时系统密闭;减压蒸馏时选用不耐压的接收器(如锥形瓶、平底烧瓶);高压釜加压操作时,釜内压力超过安全负荷等,均易引起爆炸。

(5) 氧化剂与有机物接触,也易引起爆炸。

(6) 活泼金属(如钠和钾等)、金属有机化合物(如氢化铝锂、丁基锂等)遇水会剧烈燃烧,甚至爆炸。

爆炸引起的损失不可估量,应引起实验者的高度重视。

2. 一些主要的防爆安全措施

(1) 实验时,要正确安装仪器,严格执行操作规程。

(2) 易爆实验要在通风橱内进行,同时采取必要的安全措施。

(3) 使用易燃易爆气体(如氢气、乙炔等)时,应远离火星,并保持室内空气流通;使用易爆液体时应先检验是否有过氧化物存在。如果有,须加入还原剂(如硫酸亚铁等)予以除去,蒸馏时也不可将瓶内液体蒸干。使用易爆固体时,要避免挤压或碰撞。

(4) 某些金属或氧化剂与有机物混合时,为防止反应过于猛烈而发生爆炸,要根据具体情况采取措施,如冷冻、控制加料速度、改变投料顺序或加溶剂稀释等。

(5) 危险残渣或残液(如钠屑、煤气废液)须小心销毁或放在指定容器中。切不可随意丢弃。

(6) 常压蒸馏或回流操作时,系统应与大气相连通;减压蒸馏操作时,应选用耐压玻璃仪器;高压釜加压须低于其安全负荷;封管操作时,应选用厚度均匀的玻璃管。

如遇爆炸事故发生,室内人员应沉着冷静,积极采取有效措施,防止事态扩大,如关闭煤气、切断电源,将易燃易爆品转移至安全地方等。

(三)防毒与中毒处理

有机化学实验中接触的试剂,除少数(如氯化钠、葡萄糖、果糖等)外,一般都有毒性。其毒性有大有小,有急有慢,对人体都会有不同程度的毒害。其作用的方式和伤害的部位也各不相同。

1. 有机实验室常见的有毒试剂 这些试剂一般分为有毒气体、有毒无机化学品、有毒有机物、强酸强碱等四类。

(1) 有毒气体:包括二氧化氮、二氧化硫、一氧化碳、溴及溴化氢、氯及氯化氢、氟与氟化氢、硫化氢、光气、氨等,均为刺激性或具有窒息性的气体。

(2) 有毒无机化学品:汞、高价汞化物、氰化物、氢氰酸、液溴、黄磷等,均为剧毒物质,不慎摄入会引起急性或慢性中毒。

(3) 有毒有机物:乙烯酮、乙腈、苯肼、氯仿、四氯化碳、乙酰氯、氯化亚砷、碘甲烷、溴乙烷、四氢呋喃、二氧六环、苯、甲苯、甲醇、硫酸二甲酯、对甲苯磺酸甲酯、胺类、硝基及亚硝基化合物等,均为剧毒品,有的可致癌。

(4) 强酸强碱:硫酸、盐酸、硝酸、氢氧化钠和氢氧化钾均有腐蚀性。

2. 预防中毒的基本方法 预防中毒事件的发生也是有机实验中经常要注意的大事。上述有毒物质的摄入方式,通常是由呼吸道吸入、消化道侵入或皮肤黏膜侵入的,所以,预防中毒的最基本方法有如下几种。

(1) 对于有机化合物,在未真正了解其性质之前,处理时都应小心,将其当作有毒物质对待。

(2) 试剂取用后应立即盖好盖子,以防其蒸气大量挥发,随时保持空气流通,使空气中有毒气体的浓度降至允许浓度之下。

(3) 严格按照规范、细心操作,防止皮肤沾染和试剂飞溅。

(4) 进行实验前应预先查阅有关资料,对所操作的试剂的毒性有尽可能详尽的了解。

3. 操作过程中的防毒措施

(1) 反应过程中,会产生有毒或腐蚀性气体的实验,应安装气体吸收装置或在通风橱内进行,实验开始后勿将头伸入通风橱内。

(2) 为防止有毒或腐蚀性的试剂渗入皮肤,实验时不得用手直接拿取或接触化学试剂,应戴上防护手套。实验完毕,要立即洗手,切勿让有毒试剂沾及五官或伤口。

(3) 任何化学试剂均不得用口尝味,更不准在实验室吃东西。

(4) 剧毒药品应妥善保管,专人负责,不得乱放。使用时必须严格按照操作规程进行实验。实验结束后,有毒残渣、残液必须作妥善而有效的处理,不准随意丢弃。

(5) 对沾染过有毒物品的仪器、用具、衣服等物品,实验完毕后,要亲自采取适当方法处理及清洗,以破坏或消除其毒性。

4. 中毒的处置 万一发生中毒事故,如出现头晕、恶心等症状,实验者应立即到有新鲜空气的地方休息,并根据中毒的具体情况作妥善处理。

(1) 如皮肤接触到具内吸性可渗透入皮肤的有毒物质时,要立即用 75%乙醇溶液擦洗,再用肥皂和水洗去。

(2) 溅入口中而尚未咽下的有毒物质应立即吐出来,并用大量水冲洗口腔;如不慎吞下,应根据有毒物质的性质服用解毒剂,并立即送医。

误服腐蚀性物质:如为强酸,先饮大量水,再服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;如为强碱,同样饮大量的水,然后服用食醋、酸果汁、鸡蛋白。注意,不论酸还是碱中毒都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

误服刺激性及神经性毒性物质时,要先服用牛奶或鸡蛋白使之缓和,再用硫酸铜溶液(约 30g 溶于一杯水中)催吐。也可用手指伸入喉部催吐后,立即送医院就诊。

(3) 如果吸入气体中毒,应立即将中毒者移至室外空气流通之处,解开衣领及纽扣,必要时可做人工呼吸并送医院急救。吸入少量溴、氯、氯化氢气体时,用碳酸氢钠溶液漱口,但绝不可做人工呼吸。

(四)其他事故的预防与急救

1. 触电 使用电器时,须防止人体与电器导电部分直接接触,不要用湿手或用手握湿的物体接触电接头。为防触电,装置及设备的金属外壳等都应连接地线。实验后应先切断电源,再将连接电源的插头拔下。

如发生触电事故,应先切断电源总开关,切忌用手直接与触电者接触,要用干的竹竿或绝缘杆将电线挑开,然后将触电者移至木板上,进行人工呼吸,并立即送医院急救。

2. 玻璃割伤 玻璃是易碎品,如操作不当,常会发生割伤事故。预防割伤,玻璃仪器的使用要正确;使用玻璃仪器的操作须规范,如使用玻璃管时,最好用抹布包裹使用。万一割伤,先仔细观察伤口有无玻璃碎粒,取出伤口处的玻璃碎粒。如伤势不太严重,可用双氧水或硼酸水洗净伤口,涂上碘酒或红汞(注意不能同时使用),再以纱布包扎或贴上止血贴;伤口严重、血流不止时,可在伤口上部约 10cm 处用纱布扎紧,减缓流血,也可按紧主血管以防大量出血,并送医院诊治。

3. 烫伤 玻璃工操作中最容易发生烫伤,为免烫伤,切勿用手去触摸刚加热过的玻璃管(棒)及玻璃仪器;反应加热时,油浴飞溅出油滴也易导致烫伤,应避免将水滴入热的油浴锅内。如发生烫伤,涂烫伤膏后送医院救治。

4. 化学试剂灼伤 强酸、强碱和溴等化学物品触及皮肤(或眼)时,均可引起灼伤。因此,在使用或转移这类化学试剂时应十分小心。若不慎被酸、碱或溴灼伤,首先立即用大量水冲洗,然后再根据具体情况处理。

(1) 酸灼伤:皮肤灼伤用 5%碳酸氢钠溶液洗涤,眼睛灼伤可用 1%碳酸氢钠溶液清洗,最后再用水洗。

(2) 碱灼伤:处理程序同酸灼伤一样,皮肤灼伤用 1%~2%乙酸洗涤;眼睛用 1%硼酸溶液清洗。

(3) 溴灼伤:以 75%乙醇溶液小心洗至无溴液存在为止,再涂以甘油或烫伤油膏。

(4) 灼伤严重者,在经上述急救处理后,迅速送医院治疗。

5. 大量溢水 有机实验室中常见的事故还包括大量溢水。为预防溢水,平时要经常注意清洁水槽。固体废物,如沸石、废纸、玻璃碎片、火柴梗、木屑等应扔到废物盆中,不得丢入水槽。此外,反应后的固体残渣、油脂等也不能倒入水槽中。一旦水槽或下水道堵塞不仅影响使用,还会造成大量溢水,严重时发生水灾。如果渗入楼下,有可能损坏精密仪器。实验时冷凝管的水不宜开得过大,防止因水压过高,橡皮管又套得不牢而弹开,造成溢水。为防止橡皮管脱落,可用细铁线或尼龙线扎紧橡皮管接口处。停止实验后,应及时关掉冷凝水。

第三节 有机化学实验常用玻璃仪器和设备

有机化学实验常用的玻璃仪器分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两类。