

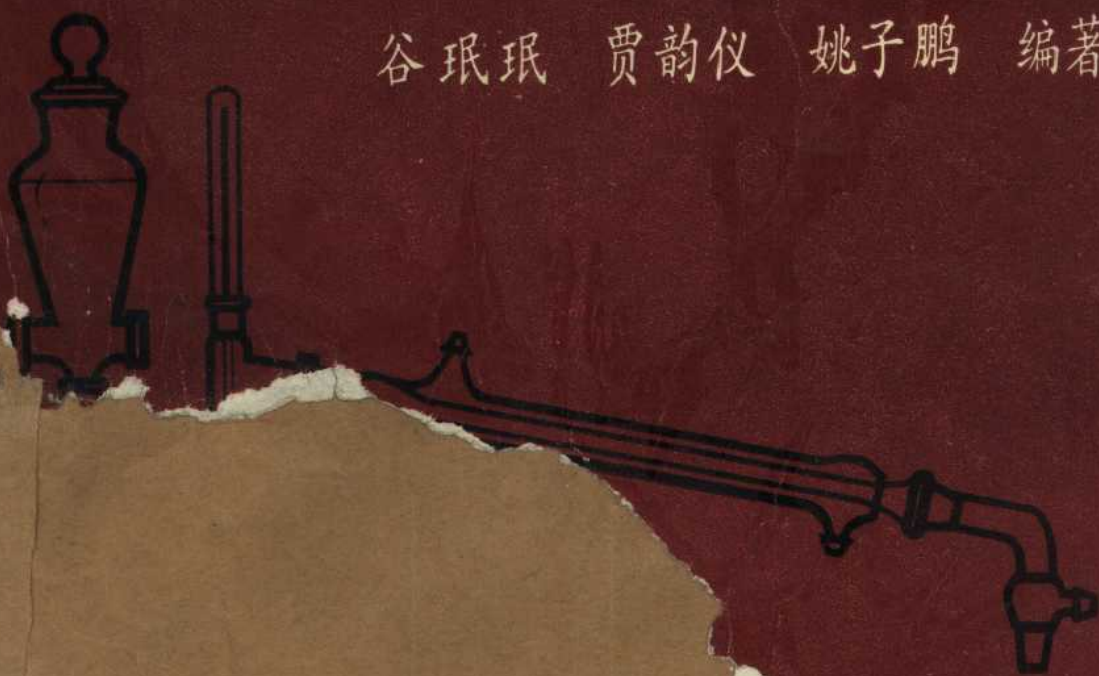
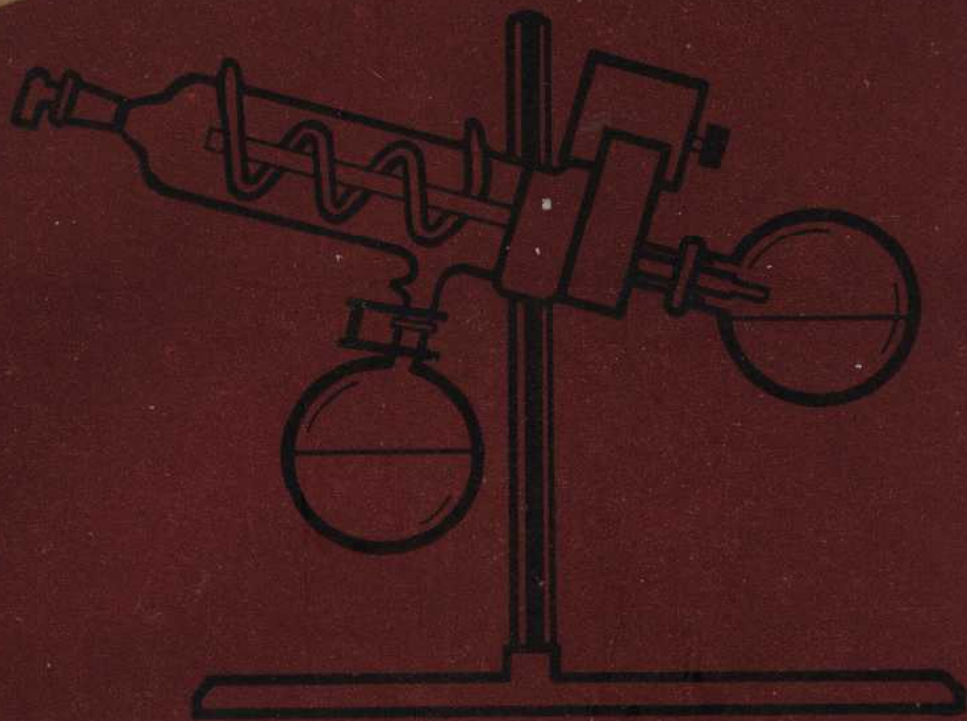
有机化学实验

谷珉珉 贾韵仪 姚子鹏 编著

复旦大学出版社

有机化学实验

谷珉珉 贾韵仪 姚子鹏 编著



目 录

第一部分 有机化学实验的基本知识

§ 1	实验室的安全	1
§ 1.1	实验室的一般注意事项	1
§ 1.2	防火、防爆与急救	2
§ 1.3	防毒与中毒处理	4
§ 1.4	其它事故的预防和急救	5
§ 2	有机实验室常用仪器和设备	6
§ 2.1	玻璃仪器	6
§ 2.2	金属用具	8
§ 2.3	电学仪器	9
§ 2.4	其它仪器设备	11
§ 3	有机化学实验室常用装置	13
§ 3.1	气体吸收装置	13
§ 3.2	回流装置	14
§ 3.3	搅拌装置	15
§ 3.4	加热装置	17
§ 3.5	冷却装置	18
§ 3.6	仪器装置的方法	19
§ 4	仪器的清洗、干燥和塞子的配置	19
§ 4.1	仪器的清洗	19
§ 4.2	仪器的干燥	20
§ 4.3	塞子的配置和钻孔	20
§ 5	简单玻璃工操作	21
§ 5.1	玻管的洁净、切割和平光	21
§ 5.2	拉玻璃管	22
§ 5.3	制备熔点管、沸点管和玻璃沸石	23
§ 5.4	玻璃钉的制备	27
§ 5.5	弯玻璃管	37
§ 5.6	基本玻璃工操作	37
§ 14	实验预习、记录	37
§ 15	实验预习	37

§ 6.2	实验记录	25
§ 6.3	实验报告	26
§ 7	手册的查阅和有机化学文献简介	23
§ 7.1	工具书	27
§ 7.2	有机化学实验参考书	28
§ 7.3	有机合成方面的参考书	30
§ 7.4	期刊	30
§ 7.5	化学文摘	33

第二部分 基本操作

§ 1	物理常数的测定	36
§ 1.1	熔点的测定	36
§ 1.2	微量法测定沸点	42
§ 1.3	折射率	43
§ 1.4	旋光度	45
§ 2	有机化合物的分离和纯化 I	49
§ 2.1	重结晶	49
§ 2.2	升华	57
§ 3	有机化合物的分离和纯化 II	59
§ 3.1	简单蒸馏	59
§ 3.2	分馏	64
§ 3.3	水蒸气蒸馏	70
§ 3.4	减压蒸馏	73
§ 3.5	萃取和液体的干燥	79
§ 4	层析法	87
§ 4.1	柱层析	88
§ 4.2	薄层层析	95
§ 4.3	纸层析	99
§ 4.4	气相色谱	100
§ 5	鉴定结构的波谱技术	107
§ 5.1	红外光谱(IR)	107
§ 5.2	核磁共振谱(NMR)	140
§ 5.3	紫外光谱(UV)	152

第三部分 实验

饱和碳上的亲核取代反应	
实验一 溴乙烷	

实验二 正溴丁烷	174
§ 2 香料添加剂 Nerolin 和威廉逊(Williamson)制醚法	176
实验三 β -萘乙醚	176
§ 3 羟醛缩合反应	179
实验四 苄叉丙酮	180
实验五 1-(4-甲基)-3-苯基-丙-2-烯-1-酮	183
实验六 1-苯基-戊-1-烯-3-酮	184
§ 4 格利雅(Grignard)反应	185
实验七 三苯甲醇	187
实验八 1-苄基环戊醇的制备及脱水	190
§ 5 三苯甲基游离基、正离子和负离子的生成及其反应	193
实验九 三苯基氯甲烷	194
实验十 三苯甲基游离基的生成和反应	195
实验十一 三苯甲基正离子的生成和反应	196
§ 6 酯化反应	196
实验十二 乙酸乙酯	198
实验十三 乙酸异戊酯	200
实验十四 苯甲酸乙酯	202
§ 7 阿司匹灵	206
实验十五 乙酰水杨酸	207
§ 8 氧化反应	209
实验十六 环己酮	211
实验十七 环己酮氧化制备己二酸	214
实验十八 环己醇氧化制备己二酸	214
§ 9 克莱森(Claissen)酯缩合	216
实验十九 乙酰乙酸乙酯	218
§ 10 昆虫信息素 2-庚酮的合成	221
实验二十 2-庚酮	222
§ 11 丙二酸酯合成法	224
实验二十一 正己酸	225
§ 12 巴比妥	226
实验二十二 5-正丁基巴比妥酸	223
§ 13 弗瑞德-克来福特(Friedel-Crafts)反应	230
实验二十三 对甲苯乙酮	231
实验二十四 二苯酮	236
§ 14 抗氧化剂PHT	236
实验二十五 2,6-二叔丁基-4-甲苯酚	237
§ 15 坎尼扎罗(Cannizzaro)反应	237
实验二十六 苯甲醇和苯甲酸	237

实验二十七 呋喃甲醇和呋喃甲酸	242
§ 16 芳香族硝化反应	246
实验二十八 硝基苯	247
实验二十九 邻硝基苯酚和对硝基苯酚	248
§ 17 珀金(Perkin)反应	250
实验三十 肉桂酸	250
§ 18 桑德迈耶(Sandmeyer)反应	251
实验三十一 对氯甲苯	253
§ 19 染料和芳香族重氮化合物的偶联反应	255
实验三十二 甲基橙	257
§ 20 维悌希(Wittig)反应	259
实验三十三 亚磷酸三乙酯	260
实验三十四 反-1,2-二苯乙烯	261
实验三十五 反-1-苯基-2-(2-呋喃基)-乙烯	263
§ 21 狄尔斯-阿尔德(Diels-Alder)反应	264
实验三十六 呋喃与顺丁烯二酸酐的加成	267
实验三十七 蒽与顺丁烯二酸酐的加成	268
§ 22 活性中间体——卡宾的反应	270
实验三十八 氯化苄基三乙铵	272
实验三十九 环己烯	272
实验四十 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷	274
实验四十一 3,3-二氯-2,7,7-三甲基三环[4.1.1.0 ^{2,4}]辛烷	275
§ 23 樟脑还原的立体化学	276
实验四十二 异冰片	277
§ 24 辅酶催化合成安息香	279
实验四十三 安息香	281
§ 25 安息香氧化和二苯基乙二酮-二苯基羟基乙酸重排	283
实验四十四 二苯基乙二酮	283
实验四十五 二苯基羟基乙酸	285
§ 26 Reduction of Benzoin and the Determination of the Stereo-chemistry of Erythro-1,2-Diphenyl-1,2-Ethanediol	287
实验四十六 Erythro-1,2-Diphenyl-1,2-Ethanediol	289
实验四十七 meso-2,2-Dimethyl-4,5-Diphenyl-1,3-Dioxolane	290
§ 27 二苯甲醇的醚化及其反应机理	291
实验四十八 二苯甲醇	293
实验四十九 二苯甲醇的醚化	295
§ 28 催化氢化	297
实验五十 氢化肉桂酸	298
§ 29 光化异构化	301

实验五十一 光化异构化和顺、反偶氮苯的分离	301
§ 30 光化学还原	302
实验五十二 二苯酮的光化学还原	304
§ 31 频哪醇-频哪酮重排	306
实验五十三 苯频哪酮	308
§ 32 淀粉的水解——薄层层析监测反应进程	308
实验五十四 淀粉的水解及产物的鉴定	309
§ 33 旋光异构体的拆分	311
实验五十五 外消旋 α -苯乙胺	312
实验五十六 外消旋 α -苯乙胺的拆分	313
§ 34 咖啡因	315
实验五十七 茶叶中提取咖啡因	316
§ 35 柠檬烯	317
实验五十八 橙皮中提取柠檬烯	318
§ 36 5,5-二甲基-1,3-环己二酮的合成及其与醛的缩合	319
实验五十九 5,5-二甲基-1,3-环己二酮	320
实验六十 5,5-二甲基-1,3-环己二酮与乙醛缩合——亚乙基双甲酮	321
实验六十一 亚乙基双甲酮酐	322
§ 37 香豆素-3-羧酸的合成	322
实验六十二 香豆素-3-羧酸乙酯	324
实验六十三 香豆素-3-羧酸	325
§ 38 磺胺药	327
实验六十四 苯胺	327
实验六十五 乙酰苯胺	328
实验六十六 对氨基苯磺酰胺	330
§ 39 文献实验	333

第四部分 未知物的鉴定

§ 1 初步观察	334
§ 1.1 灼烧试验	334
§ 1.2 观察颜色和气味	335
§ 2 物理常数的测定	335
§ 3 元素定性分析	335
§ 3.1 钠熔法	336
§ 3.2 氮的鉴定	336
§ 3.3 硫的鉴定	337
§ 3.4 氮和硫同时鉴定	337
§ 3.5 卤素的鉴定	337

§ 3.6	溴和碘的分别鉴定	338
§ 3.7	氯的鉴定	339
§ 4	溶解度试验	339
§ 5	官能团鉴定	340
§ 5.1	烷、烯、炔的鉴定	340
§ 5.2	芳烃的鉴定	342
§ 5.3	卤代烃的鉴定	343
§ 5.4	醇的鉴定	343
§ 5.5	酚的鉴定	345
§ 5.6	醛和酮的鉴定	346
§ 5.7	糖的鉴定	351
§ 5.8	羧酸的鉴定	356
§ 5.9	硝基化合物的鉴定	356
§ 5.10	胺的鉴定	357
§ 6	衍生物制备	359
§ 6.1	卤代烃衍生物——S-烷基异硫脲苦味酸盐	360
§ 6.2	醇和酚的衍生物	360
§ 6.3	醛和酮的衍生物	363
§ 6.4	羧酸衍生物	364
§ 6.5	胺的衍生物	365
§ 7	实例	367
§ 7.1	未知物 1	367
§ 7.2	未知物 2	370

附 录

一	常用酸碱溶液相对密度及百分组成表	373
1.	盐酸	373
2.	硫酸	373
3.	硝酸	374
4.	乙酸	375
5.	氢溴酸	375
6.	氢碘酸	375
7.	发烟硫酸	376
8.	氨水	376
9.	氢氧化钠	376
10.	氢氧化钾	377
11.	碳酸钠	377
二	常用酸碱的分子量及浓度	378

三 常用有机溶剂的纯化	378
1. 乙醇	378
2. 甲醇	379
3. 乙醚	380
4. 四氢呋喃(THF)	380
5. 二氧六环	380
6. 氯仿	381
7. 二氯甲烷	381
8. 丙酮	381
9. 二甲亚砜(DMSO)	381
10. N,N-二甲基甲酰胺(DMF)	381
11. 吡啶	382
12. 石油醚	382
13. 苯	382
14. 乙酸乙酯	382
四 常用有机溶剂中、英文对照及性质表	383
五 锂、钠和钾的使用及处理	385
六 衍生物表	386
1. 卤代烃的衍生物表	386
2. 醇的衍生物表	387
3. 酚的衍生物表	389
4. 脂肪醛的衍生物表	391
5. 芳香醛的衍生物表	392
6. 脂肪酮的衍生物表	393
7. 芳香酮的衍生物表	395
8. 脂肪酸的衍生物表	396
9. 芳香酸的衍生物表	398
10. 脂肪族伯胺和仲胺的衍生物表	400
11. 芳香族伯胺和仲胺的衍生物表	401
12. 叔胺的衍生物表	405
七 多步骤制备目录	406
八 有机反应类型目录	407
九 实验中基本操作一览表	409
十 常见有机含碳基团的中英文名称、结构和缩写对照表	416
十一 常见各类有机化合物的中英文和词尾对照表	416
十二 有机化学中常用英文缩写和中英文对照表	418
十三 元素周期表(见书末插页)	

第一部分 有机化学实验的基本知识

§ 1 实验室的安全

同学进行有机化学实验前必须预先熟读本节内容。

进行有机化学实验必须高度重视实验室的安全问题。在有机化学实验中要经常使用各种易燃、易爆、有毒或有腐蚀性的溶剂和试剂,使用不当会产生着火、爆炸、中毒、烧伤、灼伤等事故。此外,电器设备、玻璃器皿甚至自来水的处理欠妥也会发生事故。但只要实验者重视安全,认真掌握基本操作,严格执行操作规程,实验时集中注意力,加强安全措施,就能有效地预防事故的发生,维护实验室的安全,使实验工作正常进行。为了避免在事故发生后惊慌失措,还必须掌握一般事故的处理方法,即便不幸发生了事故,也能把损失降至最低限度。故对下列事项必须高度重视,真正了解,并予以切实执行。

§ 1.1 实验室的一般注意事项

1. 实验前应认真预习,做好准备工作,对本实验中的安全操作等注意事项做到心中有数。
2. 熟悉实验室的安全设备与使用方法。进入实验室应戴安全防护眼镜(不要戴隐形眼镜,因有机溶剂会溶蚀隐形眼镜,对眼睛造成损害)和穿实验衣。长发要束好,不准穿拖鞋或凉鞋进行有机化学实验。
3. 实验开始前应先检查仪器是否完好无损(如玻璃器皿有否碎裂,电器线路、接地是否完好妥当),装置是否正确稳妥。
4. 按照实验步骤进行实验,严格遵守操作规程。实验时不得擅自离开,经常注意仪器有无碎裂、漏气、反应进行是否正常。
5. 始终保持实验室的整洁与安静。严禁在实验室中吸烟或吃食物。
6. 节约水、电、煤气及消耗物品,严格药品用量。公用仪器等用后即归还原处。注意试剂、溶剂的瓶盖、瓶塞不要搞错。
7. 实验中所用的药品不得随意散失、遗弃。对反应中产生的有毒物质应严格按照规定处理。
8. 遵从教师指导,注意安全。发生意外事故,应采取必要的应急措施并立即报请教师处理。
9. 实验结束后,关妥水、电、煤气并认真洗手。

§ 1.2 防火、防爆与急救

有机化学实验中使用的原料、溶剂大多是易燃的,且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的蒸气或易燃易爆气体的浓度在它的爆炸体积范围之内,室温又在其闪燃点温度以上时,一有明火或火星就会立即爆炸。它们的爆炸极限见表 1.1 和表 1.2。

表 1.1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名 称	沸点 °C	闪燃点 °C	爆炸范围(体积%)
二硫化碳	45	-30	1.5~50.0
乙 醚	35	-45	1.9~36.8
丙 酮	56	-20	2.6~12.0
己 烷	68	-22	1.1~7.5
苯	80	-11	1.3~7.1
乙酸乙酯	77	-4	2.2~11.0
甲 苯	110	4	1.2~7.1
甲 醇	65	11	6.7~36.0
乙 醇(100%)	79	13	3.3~19.0
异 丙 醇	82	12	2.0~12.0

由上表可知,这几种常用溶剂闪燃点温度都在室温以下,其中又以乙醚和二硫化碳最危险,它们的沸点低,蒸气压高,爆炸极限的下值很小,范围又大,故使用时须特别小心。

表 1.2 易燃易爆气体的爆炸极限

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
乙炔	CH≡CH	2.5~80

从表 1.2 可以看出,氢气和乙炔的爆炸极限的下值很小,体积范围又很大。故使用时需特别小心,并保持室内空气畅通。

因此,着火是有机化学实验室中最常见的事故,为避免火烧,必须注意下列事项。

1. 防火的基本原则是使火源与易燃有机物尽可能离得远些。盛放易燃有机溶剂的容器要妥善保管,不得靠近火源。数量较大的易燃有机溶剂应放在危险药品柜内。存放时还应注意不得将易燃有机物与某些强氧化剂如氯酸钾、浓硝酸、高锰酸钾等放在一起。因它们接触后会发生激烈反应,引起燃烧或爆炸。如有必要将易燃有机溶剂放置于冰箱内,则应将

容器塞紧盖好,并设法把冰箱的继电器拆装至冰箱外,以防蒸气逸出后,遇继电器工作产生的火花而引起燃烧或爆炸。

2. 应采取种种措施防止易燃有机物的蒸气外逸。因有机物蒸气比重都较空气大,若蒸气外逸会沿桌面或地面飘移至较远处,或沉积在低洼处,遇火即会引起燃烧或爆炸。下列事项须严格遵守。

(1) 切勿将易燃有机溶剂倒入废物缸,更不能用开口容器(例如烧杯)盛放有机溶剂。倾倒有机溶剂时应远离火源,最好在通风柜中进行。倾倒后应立即把溶剂瓶盖盖好。

(2) 不可用火直接加热盛有易燃有机物的烧瓶,应根据液体沸点高低使用石棉网、水浴、油浴或砂浴。注意别将烧瓶紧贴石棉网或浴底,以免造成局部过热。还应根据情况选用空气冷凝管或水冷凝管。冷凝水应保持畅通,否则大量有机溶剂来不及冷凝而逸出会造成火灾。注意检查装置的接口处有否漏气,玻璃器皿是否完好。

(3) 回流或蒸馏液体时应放沸石,以防止液体因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,应停止加热,待稍冷后再加,否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。在用有机溶剂重结晶时,遇有色杂质须用活性炭脱色,同样要待稍冷后才能加入活性炭。

(4) 在常压操作时,既要防止易燃有机溶剂蒸气外逸,又切忌组成密闭体系。全套装置应有与大气相通之处。蒸馏易燃有机溶剂时,接液管支管应与橡皮管相连,并把余气通入水槽或窗外。

3. 减压蒸馏时,应使用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器,不可用锥形瓶,否则会发生炸裂。用高压釜进行加压操作时,应经常注意釜内压力有无超过安全负荷。使用封管时应注意,用作封管的玻管的厚度是否均匀适当。要在一定的防护措施下进行加压操作。

4. 使用易燃易爆气体,特别是乙炔和氢气时,应保持室内空气畅通,严禁明火,并防止一切火星的发生,如敲击、鞋钉磨擦、马达炭刷、电气开关等所产生的火花。

5. 煤气开关应经常检查,保持完好。煤气灯和橡皮管使用前也应仔细检查,及时废弃已老化开裂的橡皮管。发现漏气应立即熄灭室内所有火源,打开门窗,用肥皂水检查漏气处。若不能自行解决,立即急告有关单位及时抢修。

6. 某些类型的有机化合物如叠氮化物、过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等,具有爆炸性,须严格按照操作规程进行实验。使用过氧化物时应注意勿与具有还原性的物质接触(如过氧化苯甲酰与衣服、纸张、木材等接触会引起燃烧)。若进行有可能产生这些危险有机物的反应,操作时应特别小心。有些有机化合物如共轭烯烃、醚类(最常用的是乙醚和四氢呋喃),久置后会生成易爆炸的过氧化物,须经特殊处理后才能应用。在蒸馏这类化合物时,切忌蒸干。金属钠、氢化铝锂等在使用时切勿遇水,它们遇水会剧烈燃烧爆炸,故含水分较多的乙醚等溶剂,不宜直接用氢化铝锂干燥。

7. 有机化学实验室中须具备下列灭火器材。同学应知道它们的使用方法。

二氧化碳灭火器 它是有机实验室中最常用的一种灭火器,用以扑灭有机化合物或电器的着火。它的钢瓶内装有压缩的二氧化碳。它分鸭嘴式和阀门式两种。前者使用时先拉掉插销,用力把张开的二片鸭嘴握紧,二氧化碳气体即会喷出。后者使用时也要拉掉插销,将阀门向逆时针方向旋转,二氧化碳即会喷出。两者在使用时都要一手提灭火器,另一手握在喷二氧化碳的喇叭筒的把手上。因二氧化碳喷出时压力骤降,温度随之骤降,手若握在喇

叭筒上易被冻伤。火被扑灭后,即将鸭嘴放松,或将阀门向顺时针方向旋紧。使用过的二氧化碳灭火器应及时充气,以免下次需要时不敷使用。

泡沫灭火器 其内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液。使用时将筒身颠倒,两种溶液混合后立即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝和二氧化碳,筒内压力突然升高,大量二氧化碳泡沫喷出。这种灭火器一经使用,就要将筒内物喷完才能放正。若火已扑灭尚未喷完即放正,筒内继续反应,压力升高会造成危险事故。非大火一般不用泡沫灭火器,因后处理较麻烦。

除灭火器外,有机实验室中还应备有黄沙(用以扑灭金属钠等的着火)、厚的防火毯(衣服着火可用它裹紧使火熄灭)、喷淋水龙头(用以扑灭头部或衣服着火)等。

万一发生火灾的紧急处理 如一旦发生火灾,应保持沉着镇静,不要惊慌失措。首先应立即熄灭附近所有火源(如关闭煤气),切断电源,移开附近的易燃物质。并根据情况作如下处理:

小火 少量溶剂(几毫升)着火,切勿用嘴去吹,可任其烧完。烧瓶内的溶剂着火可用石棉网或湿布盖熄。其它小火也可用湿布或黄沙盖熄。

火势较大 对于有机溶剂、油浴等的着火,千万别用水浇,应立即用灭火器,从火的周围开始向中间喷射。

衣服着火 切勿奔跑,用厚外衣或防火毯裹紧使熄。较严重者应躺地上(以免火烧向头部)打滚及用防火毯紧紧裹住使熄。或打开附近自来水龙头或喷淋龙头用水冲灭。

烧烫伤处理 (包括热的物件,沸水浴、油浴、灼热玻璃的烫伤)轻伤涂以玉树油或鞣酸油膏。重者涂以烫伤油膏,急送医疗单位。

§ 1.3 防毒与中毒处理

许多化合物对人体有程度不等的毒害,在未真正了解某一化合物的性质以前,处理时都应作为有毒物质对待。下面列出一些对人体毒性较大的(有些还是致癌的)化合物。

某些含氮化合物:乙腈、苯肼、胺类、硝基和亚硝基化合物等。

某些含卤素化合物:氯仿、四氯化碳、碘甲烷和氯化亚砷等。

某些含氧化合物:四氢呋喃、二氧六环、苯酚、萘酚、草酸、乙烯酮等。

某些芳烃:苯、3,4-苯并芘等。

氰化物、汞、高价汞化物、磷、氯气、氯化氢气体、二氧化氮、一氧化碳、溴等。

在使用有毒化学试剂时应做到以下几点。

1. 妥善保管,不许乱放。剧毒药品的管理发放应由专人负责。称量时不要玷污瓶外与实验台。实验后的有毒残渣、残液必须妥善处理,不准乱丢。使用过的器皿应及时清洗。

2. 切勿让毒品接触五官或伤口。例如氰化钠沾及伤口后会随血液循环全身,严重者会造成中毒死亡事故。有些有毒物质会渗入皮肤,因此在使用这类物质时应戴橡皮手套,操作后立即洗手。

3. 尽可能少接触各种有机物质的蒸气,特别是上面已列出的有毒物质的蒸气。在使用这些物质,或在反应过程中可能产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风柜中进行。在使用通风柜时,实验开始后不要把头伸入柜内。

万一发生中毒事故,应根据情况作如下处理:

皮肤接触 皮肤接触具内吸性可渗透入皮肤的有毒物质,如硝基化合物、含磷有机物、二甲亚砜等,应立即用酒精擦洗,然后用肥皂和水清洗。

毒物溅入口中 尚未咽下者应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,根据不同情况作如下处理,情况严重者经处理急救后立即送医疗单位。

吞下强酸 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。

吞下强碱 先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶,也不要吃呕吐剂。

吞下刺激物或其他毒品 先服用牛奶或鸡蛋白使之冲淡缓和,再将硫酸镁(约30克)溶于一杯水中饮下催吐,有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医疗单位。

吸入气体中毒 将中毒者移至室外,解开衣领及钮扣,必要时作人工呼吸并急送医疗单位。吸入少量溴、氯、氯化氢气体者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

§ 1.4 其它事故的预防和急救

1. 现在的有机化学实验室中,电器使用日益增多,为防止触电事故的发生,使用者必须注意:使用前先检查装置和设备的金属外壳是否已接好地线,插头接线是否完好,电线有否磨损,负荷是否恰当;使用时先插上插头接通电源,再开启仪器电源开关,在实验过程中应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿物接触电插头;用毕后,先关仪器电源开关切断电源,再拔下插头。

触电急救 立即关闭电源,或用不导电物使触电者脱离电源,然后对触电者进行人工呼吸并急送医疗单位抢救。

2. 玻璃割伤是有机实验室中常见事故之一。应注意别打碎玻璃器皿,因为在处理碎玻璃时最易被割伤。在切割玻管玻棒时,若未锉好即行折断也易被割伤。

割伤处理 小心取出伤口中的玻璃碎屑或其它固体利物,用蒸馏水洗后涂上红药水,撒些磺胺粉末,用消毒绷带扎好。大伤口则应先按紧主血管以防止大量出血,急送医疗单位。

3. 试剂灼伤的处理视情况而定。

酸: 立即用大量水洗,再以3~5%碳酸氢钠溶液洗,最后用水洗。严重时要消毒,轻轻拭干后涂烫伤油膏。

碱: 立即用大量水洗,再以2%醋酸洗,最后用水洗。严重时也要消毒,轻轻拭干后涂烫伤油膏。

钠: 可见小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

溴: 立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液存在为止,然后涂上甘油或烫伤油膏。

4. 试剂溅入眼内

任何情况下都要先洗涤,急救后送医疗单位。

酸: 用大量水洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗,再水洗。

溴: 同上处理。

碱: 用大量水洗,再用1%硼酸溶液洗。

5. 大量溢水也是有机实验室中常见的一种事故。应经常注意水槽清洁,废

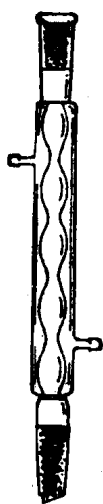
柴梗、木屑等应扔入废物缸，别丢入水槽中。水槽、下水道堵塞不仅影响使用，有时还会造成大量溢水。冷凝管的冷却水不宜开得太大，否则因水压高，橡皮管弹开会造成大水。停止实验后，应即关掉冷凝水龙头。

为处理事故需要，实验室内应备有急救箱，内置有下列物品：

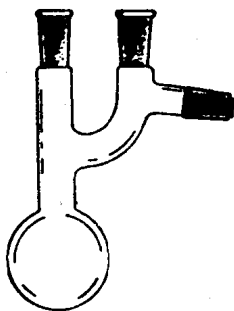
- (1) 绷带、纱布、棉花、橡皮膏、护创膏布、医用镊子、剪刀。
- (2) 凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏、消毒剂。
- (3) 2%醋酸溶液、1%硼酸溶液、1%及5%碳酸氢钠溶液、酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

§ 2 有机实验室常用仪器和设备

§ 2.1 玻璃仪器



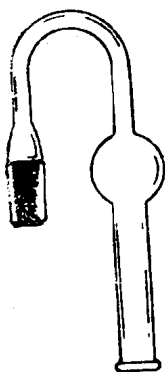
球形冷凝管



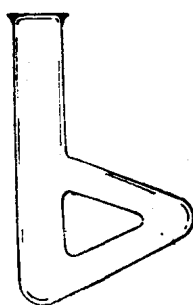
克氏蒸馏瓶



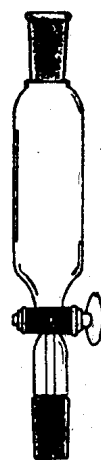
空气冷凝管



U管



熔点管
(提勒管)



筒形滴液漏斗

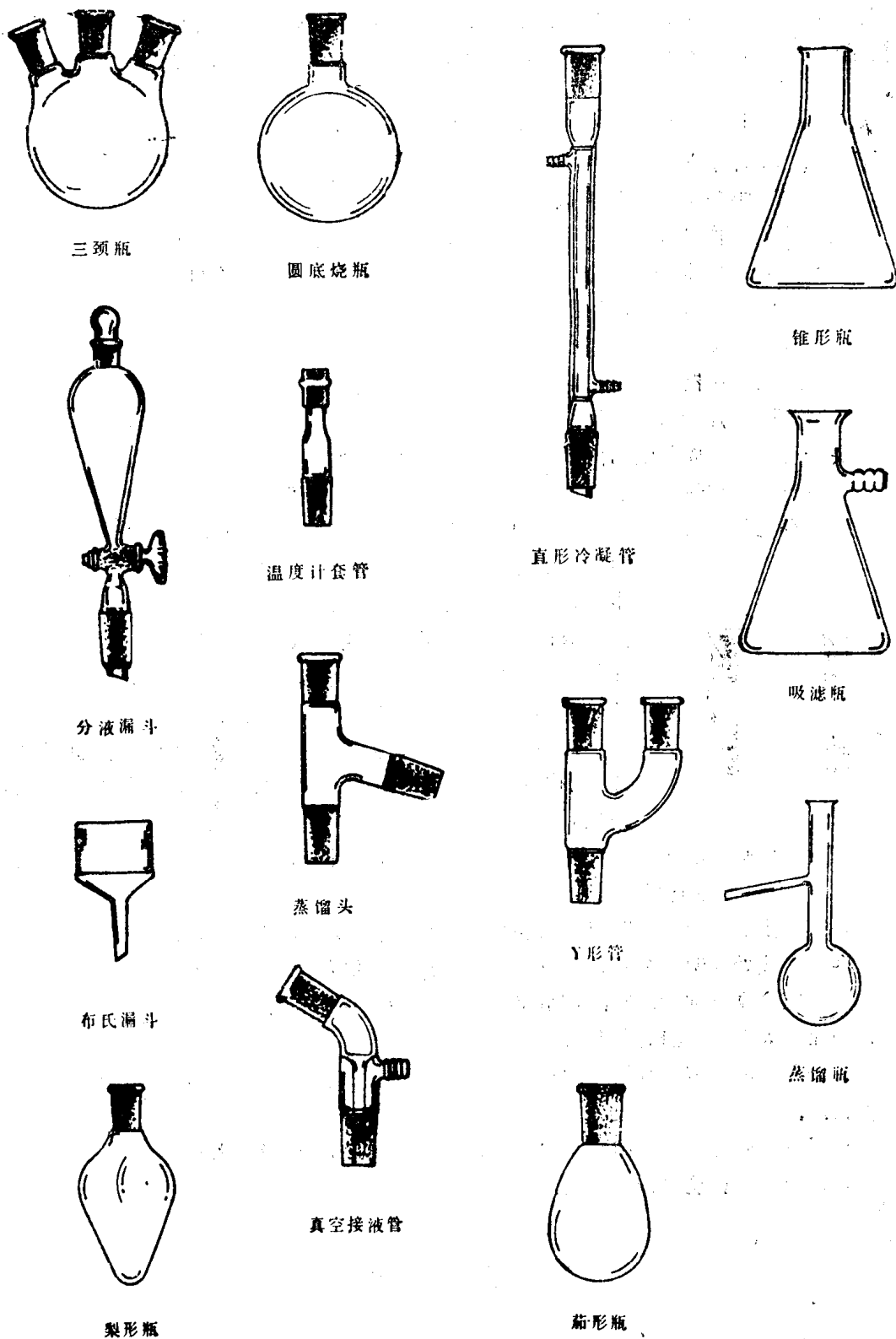


图 1.1 有机化学实验室常用玻璃仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器见图 1.1。使用玻璃仪器皆应轻拿轻放，并应握在适当

部位,避免折断。如蒸馏瓶和克氏蒸馏瓶在使用时应拿在瓶身或瓶颈处,不要握住支管把瓶子提起;三颈瓶也应拿在瓶身或中间的瓶颈处。特别当瓶中盛有液体时,拿取不当,很易折断。

除试管外,其它的玻璃器皿都不能直接用火加热,以防炸裂。厚壁的玻璃器皿,如吸滤瓶等,不耐热,故不能加热。

广口容器(如烧杯等)不能用以贮放有机溶剂,以防溶剂挥发而造成火灾。

温度计不能当作搅棒使用,也不能用以测量超过其刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却,不可直接用水冲洗,以防炸裂。在用浓硫酸作浴液来测有机化合物的熔点和沸点后,应待其自然冷却后才用废纸把温度计上的浓硫酸拭净,再用水洗,否则沾有浓硫酸的温度计遇水发热会使温度计炸裂。

带活塞的玻璃仪器在使用时应在活塞上涂薄薄一层凡士林,以免漏液(也不可涂得太多,以免玷污反应物或产物)。使用后应洗净,并在活塞与磨口间垫上纸片,以免久塞后粘住。不要把活塞塞好放入烘箱内烘干,这样取出后常会粘住。若已粘住可在活塞四周涂上润滑剂后用电风吹热,或置于冷水浴中,加热煮沸一段时间,再设法打开。

现在的有机化学实验室中,标准口玻璃仪器的使用已十分普遍。为适应不同容量的玻璃仪器,有不同型号的标准磨口。通常应用的标准磨口有10、14、19、24、29、34、40、50号等

多种。这里的数字系指磨口最大端直径的毫米数。相同数字的内外磨口可以紧密相接。若两玻璃仪器因磨口编号不同无法直接相连,可借助于不同编号的磨口接头(见图1.2)使之连接。一般学生实验中所用的标准口玻璃仪器为14号或19号。

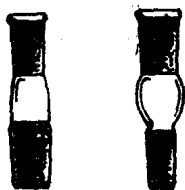


图1.2 磨口接头

使用标准口玻璃仪器可免去选塞打孔等麻烦,也可避免因木塞、橡皮塞不洁或碎屑带来的污染。使用方便,但须注意下列事项:

(1) 磨口处必须洁净,若粘有固体杂物,会使磨口对接不密,导致漏气。杂物若很硬,用力旋转磨口,磨口很易损坏。

(2) 一般使用时无须在磨口处涂润滑剂,以免玷污反应物或产物。若反应中使用强碱,为避免磨口连接处因碱腐蚀粘住难以拆开,须涂以润滑剂。减压蒸馏时,若所需真空度较高,磨口处应涂真空油脂。在涂润滑剂或真空油脂时应细心地在磨口大的一端涂上薄薄一圈。切勿涂得太多,以免玷污产物。

(3) 安装标准口玻璃仪器应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则常易将仪器折断。

(4) 用后即应将仪器拆卸洗净,长期放置,磨口连接处会粘牢,若已粘牢难以拆开,可参见上面处理带活塞玻璃仪器的方法。

§ 2.2 金属用具

- | | | | |
|--------|----------|---------|---------|
| 1. 铁夹 | 2. 铁圈 | 3. 铁架 | 4. 三脚架 |
| 5. 镊子 | 6. 剪刀 | 7. 三角锉刀 | 8. 圆锉刀 |
| 9. 打孔器 | 10. 热水漏斗 | 11. 水浴锅 | 12. 压塞器 |