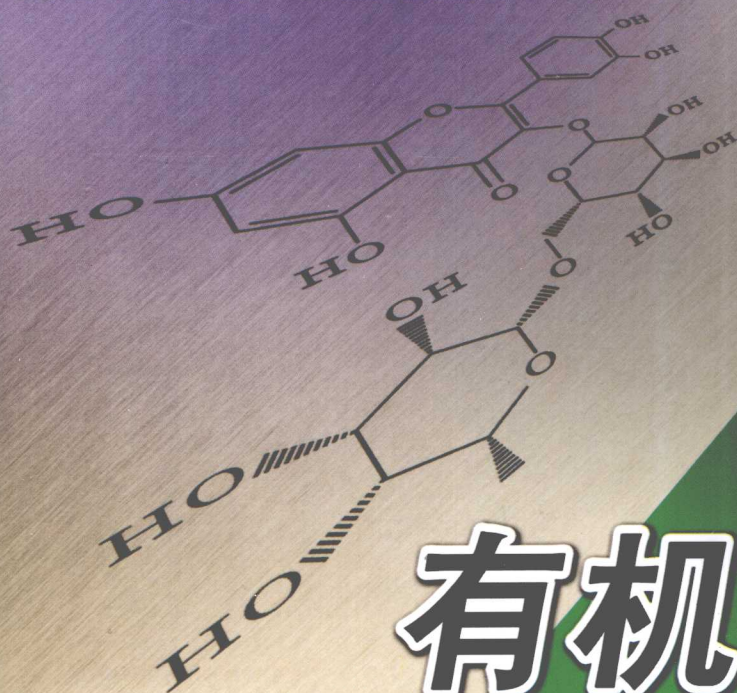
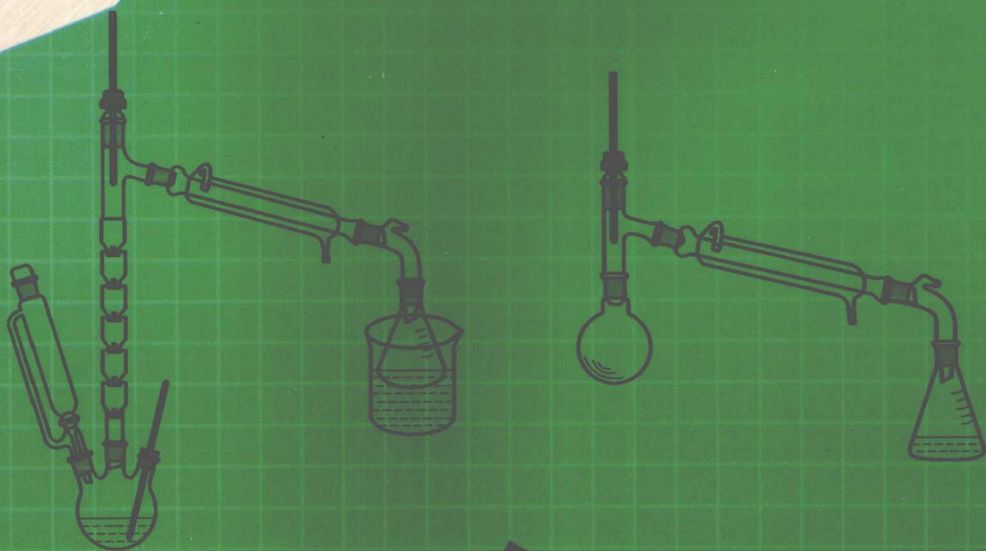


高等学校理工科基础化学“十一五”规划教材



有机化学 实验

刘 军 周忠强 主编



武汉理工大学出版社

高等学校理工科基础化学“十一五”规划教材

有机化学实验

刘 军 周忠强 主编

武汉理工大学出版社

· 武汉 ·

内 容 提 要

本书介绍了有机化学实验的基本知识及基本操作原理和方法,精选了16个基础有机合成实验,4个综合性实验和1个研究设计性实验。简要介绍了声化学合成及微波合成技术等现代合成方法。在附录中提供了有机化学实验基本知识测试题。

本书可与编者所编写的《有机化学》理论课教材配套使用,实验中所用试剂及产物的物理常数,可以在《有机化学》教材中查到。

本书可作为高等学校材料、生物、制药、化工、环境等工科近化学类专业有机化学实验课教材,也可供相关专业选用和参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/刘军,周忠强主编. —武汉:武汉理工大学出版社,2009.8

ISBN 978-7-5629-3046-4

I. 有… II. ①刘… ②周… III. 有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 154198 号

出版发行:武汉理工大学出版社(武汉市洪山区珞狮路 122 号 邮编 430070)

<http://www.techbook.com.cn> 理工图书网

经 销 者:各地新华书店

印 刷 者:湖北睿智印务有限公司

开 本:787×1092 1/16

印 张:8

字 数:200 千字

版 次:2009 年 8 月第 1 版

印 次:2009 年 8 月第 1 次印刷

印 数:1—3000 册

定 价:12.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等印装质量问题,请向出版社发行部调换。

本社购书热线电话:(027)87394412 87397097 87383695

版权所有,盗版必究。

前 言

有机化学是一门实践性很强的学科,有机化学实验课程教学的功能已不能仅仅停留在让学生更好地理解理论教学的内容和培养学生的基本实验技能,而应更加注重培养学生的各种能力(包括各种有关的知识、操作技能、使用现代仪器设备及信息工具与手段的能力、观察能力、科学研究与创新能力、独立处理突发事件的能力等等)以及培养学生敬业、求实、精心、一丝不苟等方面的精神。本书在近几年有机化学实验课程教学改革的基础上,以促进主动学习和个性发展,培养学生的实践动手能力、分析问题和解决问题能力,着力培养学生创新精神和创新能力,使学生的综合素质得到全面提高为指导思想,精选实验内容,旨在建立一个递进式、多层次的实验教学内容体系。

全书主要内容分为三大部分。第一部分介绍有机化学实验基本知识。第二部分介绍有机化学实验的基本操作。第三部分为实验部分,分为三个层次。第一层次为基础有机化学实验,本书不再将基本操作作为单独的实验操作项目,而是把基本操作的训练融入基本合成实验中,在有机化合物的制备中掌握有机化学实验的基本操作,并在不同的合成实验中使基本操作的训练有适当的重复,强化实验操作技能,满足其基础知识结构中对有机化学实验的基本要求,重点培养学生基本的实验方法和分析、解决一般问题的能力。实验均采用半微量操作,体现绿色合成思想。第二层次为综合有机化学实验,以有机多步合成、表征和产品的实际应用为重点,体现基本知识和技能的综合应用及拓展。第三层次为研究设计性实验。本书为研究设计性实验提供一种模板,教师可根据实际情况与科研选题相联系,实现科研与教学相互渗透。

21世纪是一个信息时代,网络成为获取信息的一个重要手段。为了激发学生的学习兴趣 and 培养学生的创新能力,本书对一些合成实验的背景知识及拓展知识,采用了在思考题中以查阅资料来获取知识的方式,这种学习方式体现了现代教学理念中以学习为主体的自主学习模式,是本书的一个特色。教师可根据学生的专业特点,让学生以小论文的形式完成作业。

为方便学生检查自己对有机化学实验基本知识的掌握情况,本书在附录中提供了有机化学实验基本知识测试题。

本书可与编者所编写的《有机化学》理论课教材配套使用,实验中所用试剂及产物的物理常数,除了通过手册和文献查阅外,也可以在《有机化学》教材中查到。

参加本书的编写人员(按编写内容先后次序)有:湖北工业大学庞海霞讲师(第1章);中国地质大学刘恒胜副教授(第2章);中南民族大学周忠强教授、陈连清副教授(第3章部分实验);中国地质大学张巧莲副教授(第3章部分实验);武汉理工大学刘军教授(第3章部分实验及第4、5章)。全书由刘军统稿并修改审定。

限于编者的水平,书中可能会有一些疏漏和错误,欢迎读者对本书提出意见,有问题请致函编者:liujun8629@126.com,编者在此表示由衷的感谢。

编 者

2009年6月于武汉理工大学

目 录

第 1 章 有机化学实验的基本知识	(1)
1.1 有机化学实验室规则	(1)
1.2 有机化学实验室安全规则	(2)
1.3 有机化学实验常用的仪器和设备	(7)
1.4 有机化学实验预习、记录和实验报告	(15)
1.5 有机化学文献简介	(17)
第 2 章 有机化学实验基本操作技术	(19)
2.1 加热和冷却方法	(19)
2.2 萃取与洗涤	(20)
2.3 有机化合物的干燥	(21)
2.4 常压蒸馏及分馏	(23)
2.5 水蒸气蒸馏	(25)
2.6 减压蒸馏	(27)
2.7 重结晶及过滤	(29)
2.8 升华	(32)
2.9 回流及搅拌	(33)
2.10 有机化合物物理常数的测定	(36)
2.11 色谱法简介	(43)
2.12 红外光谱鉴定有机化合物的结构	(47)
2.13 简单玻璃工操作	(48)
2.14 有机化学实验新技术和新方法	(50)
第 3 章 基础有机实验	(53)
实验 1 环己烯的制备	(53)
实验 2 正溴丁烷的制备	(55)
实验 3 正丁醚的制备	(57)
实验 4 乙酰苯胺的制备	(59)
实验 5 乙酰水杨酸的制备	(61)
实验 6 邻苯二甲酸二丁酯的制备	(63)
实验 7 环己酮的制备	(65)
实验 8 己二酸的制备	(67)
实验 9 对硝基苯甲酸的制备	(69)
实验 10 肉桂酸的制备	(71)
实验 11 乙酰二茂铁的制备	(73)
实验 12 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(76)
实验 13 三苯甲醇的制备	(78)

实验 14	甲基橙的制备	(81)
实验 15	从茶叶中提取咖啡因	(84)
实验 16	绿色植物中色素的提取和分离	(86)
第 4 章	有机综合实验	(88)
实验 1	香豆素-3-羧酸的制备	(88)
实验 2	多步合成——2,4-二氯苯氧乙酸丁酯的制备	(90)
实验 3	银杏叶中黄酮类化合物的提取及含量分析	(93)
实验 4	苦杏仁酸的制备及外消旋体的拆分	(96)
第 5 章	设计性实验	(100)
	设计性实验实例	(102)
附录		(104)
附录 1	基础有机合成实验实验报告样本	(104)
附录 2	部分水二元共沸混合物的性质	(107)
附录 3	常用酸碱溶液相对密度及质量分数表	(108)
附录 4	有机化学实验常用名词术语英汉对照表	(110)
附录 5	部分合成产物的红外光谱图	(111)
附录 6	有机化学实验测试题	(116)
参考文献		(120)

第1章 有机化学实验的基本知识

有机化学是一门以实验为基础的学科,有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分。有机化学实验教学的基本任务是通过实验使学生掌握基本实验操作,培养学生正确使用仪器,取得正确实验数据,正确记录和表达实验结果的能力以及认真观察实验现象,分析判断,逻辑推理,作出正确结论的能力。有机化学实验也是培养学生理论联系实际的作风,实事求是的科学态度,以及创新能力的一个重要环节。

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,培养良好的实验习惯和严谨的科学态度,并保证实验课的教学质量,学生必须遵守有机化学实验室的下列规则:

(1)学生进入实验室首先要了解实验室内水、电、气的开关位置和摆放灭火器的地点及使用方法,掌握灭火、防护和急救的相关知识。

(2)必须遵守实验室的各项规章制度,听从教师和实验室管理人员的指导。注意安全,一旦发生意外事故,要立即请老师处理。

(3)每次做实验前,必须认真预习有关实验内容并查阅相关资料。明确实验的目的和要求,了解实验原理、反应特点、实验中的关键步骤及难点,以及所用药品的性质和可能发生的故事,并写好实验预习报告。没有达到预习要求者,不得进行实验。

(4)实验中应严格按照操作规程操作,如要改变药品用量、规格和实验步骤,必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象,如实做好记录,积极思考,不做与实验无关的事。按时写出符合要求的实验报告。

(5)在实验过程中,不得大声喧哗、打闹,不得擅自离开实验室。始终保持实验室安静,使实验过程井然有序。

(6)不能穿拖鞋、凉鞋、背心、短裤等暴露过多的服装进入实验室,应穿工作服以保护身体,必要时戴护目镜。实验室内不能吸烟和饮食。

(7)应经常保持实验室的整洁,做到仪器、桌面、地面和水槽洁净。实验装置要规范、美观,符合实验要求。固体废弃物及废液应倒入指定地点,统一处理和回收。

(8)要爱护公物。自管仪器用后必须洗干净,妥善收藏,公用仪器和药品应在指定地点使用,用完后及时放回原处,并保持其整洁。注意节约水、电和药品,药品取完后,及时将盖子盖好,防止药品的相互污染。仪器如有损坏,要及时登记予以补发,并按制度赔偿。不得私自将实验室的药品、仪器带出实验室。

(9)实验结束后,应将个人实验台面打扫干净,清洗、整理仪器。学生轮流值日,值日生应负责整理公用仪器、药品,打扫实验室卫生,关好水、电、气、门窗,经实验室管理人员检查合格后才能离开实验室。

1.2 有机化学实验室安全规则

进行有机化学实验所用的药品多数是有毒(如氰化钠、硝基苯等)、易燃(如苯、丙酮、乙醚等)、有腐蚀性(如浓硫酸、浓硝酸、烧碱等)或有爆炸性的(如乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸等),这些药品使用不当,就有可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒事故。有机化学实验所用的仪器大部分是玻璃制品,易碎、易裂,容易发生割伤事故;另外,电器设备、煤气及酒精喷灯等,如果使用不当,容易引起触电或火灾。因此,必须认识到化学实验室是具有潜在危险的场所。必须重视安全问题,切勿麻痹大意,认真操作,提高警惕,实验时应严格执行操作规程,加强安全措施,才能有效地避免事故的发生,维护人身和实验室的安全,使实验得以顺利的完成。

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 一般注意事项

(1)实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否安装正确,在征得指导教师同意之后,才可进行实验。

(2)实验进行时,应仔细观察、认真思考、如实记录,不得离开岗位。要时刻注意反应进行的情况是否正常、装置有无漏气和破裂等现象,以便及时排除各种事故隐患。

(3)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,有的实验应在通风橱内进行。

(4)使用易燃、易爆药品时,应远离火源。实验试剂不得入口。实验结束后要仔细洗手。

(5)熟悉安全用具如灭火器材、砂桶以及急救药箱的放置地点和使用方法,并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作他用。

(6)常压蒸馏和回流反应,禁止在密封体系中操作,一定要保持与大气相接通。

1.2.2 实验室事故的预防

1.2.2.1 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,而且多数有机反应往往需要加热,因此着火是有机实验室常见的事故之一,应尽量不用明火直接加热。

防火的基本原则有下列注意事项。

(1)在操作易燃溶剂时要特别注意:

①应使易燃药品尽可能远离火源;使用各种措施防止有机溶剂的蒸气外泄,因为有机蒸气相对密度比空气大,会下沉流动,聚集于地面低洼处,遇到丢弃的未熄灭的火柴头、烟蒂等会引起燃烧。

②切勿在敞口容器中(如烧杯、蒸发皿等)存放、加热或蒸煮易燃溶剂(如乙醇、乙醚、乙酸、乙酯等),可燃的蒸气遇明火会引起燃烧,易燃溶剂更不能直接倒入废物缸。

③加热时必须选择正确的加热方法,切勿使容器密闭,仪器装置要有与大气相通之处,否则,会造成爆炸。当附近有露置的易燃溶剂时,切勿点火。

④实验室冰箱内不得存储过量易燃有机溶剂,防止冰箱电火花引发大面积着火、爆炸。

⑤在反应中添加或转移有机溶剂时,不小心将液体洒出瓶外易被明火点燃,应及时熄灭或

远离火源。倾倒后应立即把试剂瓶盖盖好。

(2)在使用明火时,应养成先将易燃物质移开的习惯。

(3)蒸馏装置不能漏气,如发现漏气,应立即停止加热,检查原因。若塞子被腐蚀,则待冷却后,才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器,如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器,如锥形瓶。从蒸馏装置接收瓶排出来的尾气的出口应远离火源,最好用橡皮管引入下水道或室外。

(4)蒸馏或回流易燃低沸点液体时,一定要谨慎从事,不能粗心大意。特别是低沸点易燃溶剂,在室温时即具有较大的蒸气压,当空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇到明火即发生爆炸。表 1-1 列出了常用易燃溶剂蒸气爆炸极限。

表 1-1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名称	沸点/℃	闪燃点/℃	爆炸极限(体积)/%
甲醇	64.96	11	6.72~36.5
乙醇	78.5	12	3.28~18.95
乙醚	34.51	-45	1.85~36.5
丙酮	56.2	-17.5	2.55~12.8
苯	80.1	-11	1.41~7.1

(5)用油浴加热蒸馏或回流时,必须避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因,主要是橡皮管套进冷凝管上不紧密,开水阀过快,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,开水阀时也要动作缓慢,使通入冷凝管内的水流慢慢通入。

(6)当有大量的可燃性液体需要处理时,应在通风橱中或在指定地点进行,室内应无火源。

(7)燃着或者带有火星的火柴或纸条等不得随意丢弃,更不得丢入废物缸中。否则,会发生危险事故。

1.2.2.2 爆炸的预防

在有机化学实验里一般预防爆炸的措施如下:

(1)仪器装置必须安装正确,不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通;减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接受瓶或反应瓶,否则,易发生爆炸,而应选用圆底烧瓶或吸滤瓶作为接受瓶。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。加压操作时应经常注意釜内压力有无超过安全负荷,选用封管的玻璃管厚度是否适当、管壁是否均匀,并要有一定的防护措施。

(2)切勿使易燃易爆的气体如氢气、乙炔等接近火源。表 1-2 列出了一些易燃气体爆炸极限。

表 1-2 易燃气体爆炸极限

气体		空气中的含量(体积)/%
氢气	H ₂	4~74
一氧化碳	CO	12.5~74.2
氨	NH ₃	15~27
甲烷	CH ₄	4.5~13.1
乙炔	CH≡CH	2.5~80

有机溶剂如醚类和汽油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

火花而引起爆炸。使用时要保持室内空气通畅,严禁明火,并防止一切火星的产生。

(3)蒸馏醚类化合物如乙醚、四氢呋喃等之前,一定要检查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,再进行蒸馏,但蒸馏时切勿蒸干。同时使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(4)对于某些类型的有机化合物,如叠氮化合物、过氧化物、多硝基化合物等具有爆炸性,必须按照操作规程进行实验。如重金属乙炔化物、干燥的重氮盐、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击,以免引起爆炸,对于这些危险的残渣,必须小心销毁。重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解,重氮化合物可加水煮沸使它分解。

(5)卤代烷勿与金属钠接触,因反应剧烈易发生爆炸。钠屑必须放在指定的地方。金属钠、氢化铝锂等在使用时切勿遇水,遇到水后会剧烈燃烧爆炸。

(6)对反应过于剧烈的实验,操作时候应特别小心。有些化合物由于受热分解,体系热量和气体体积突然猛增而发生爆炸,对这类反应,要严格控制加料速度,并采取有效的冷却措施,使反应缓慢进行。

1.2.2.3 中毒的预防

大多数化学药品都具有一定的毒性。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。许多化合物对人体有不同程度的毒害,如在没有真正了解某一化合物的性质之前,应作为有毒物质来对待处理。因此预防中毒应做到:

(1)称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是毒品。称量时不要玷污其他地方,应及时清洗用过的器皿。做完实验后,应把手洗干净后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(2)试剂取完后应立即盖好盖子,以防止其蒸气大量挥发,并保持空气流通,使空气中有毒气体的浓度降至允许浓度以下。表 1-3 列出了急性毒性的五个等级。

表 1-3 急性毒性的五个等级

毒性级别名称	LD ₅₀ /mg · kg ⁻¹ (大鼠经口)*	LC ₅₀ /μg · g ⁻¹ (大鼠吸入)**	LD ₅₀ /mg · kg ⁻¹ (免涂皮时)	对人的可能致死量	
				g · kg ⁻¹	总量 /g · (60kg 体重) ⁻¹
剧毒	<1	<10	<5	0.05	0.1
高毒	1~50	10~100	5~44	0.05~0.5	3
中等毒	50~500	100~1000	44~350	0.5~5	30
低毒	500~5000	1000~10000	350~2180	5~15	250
微毒	>5000	>10000	>2180	>15	<1000

* LD₅₀为半数致死量。指被试动物(大、小白鼠等)一次口服、注射或皮肤涂抹药剂后产生急性中毒而有半数死亡所需该药剂的量(mg · kg⁻¹)。

** LC₅₀为半数致死浓度(μg · g⁻¹)。

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

(4)有些剧毒物质会渗入皮肤,因此接触这些物质时必须戴橡皮手套操作,操作后应立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重的会造成中毒事故。

(5)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。

(6)如果打破水银温度计、压力计,应及时报告实验室管理人员,请他们尽可能回收余留的残迹,可用三氯化铁或硫磺粉处理。

实验中如果有头晕、恶心、窒息等轻微中毒症状,应停止实验,到空气清新的地方做一做深呼吸,严重的要马上送医院治疗。

1.2.2.4 触电的预防

使用电器时,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的物体接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线,实验后应切断电源,再将连接电源的插头拔下。实验时要认真观察电源是否发热,是否有糊味气体散发和实验室内是否有电气材料老化等现象。若发现异常,应及时报修,防止意外的发生。如万一发生触电,应立即切断电源或者使触电者脱离电源,然后对触电者实施人工呼吸并送医院抢救。

1.2.3 事故的处理和急救

1.2.3.1 火灾的处理

实验室一旦失火,应保持沉着镇定,不要惊慌失措,并立即采取各种相应措施,以减少事故损失。室内全体人员应积极有序地参加灭火,一般采用如下措施:一方面防止火势蔓延。立即关闭煤气灯,熄灭附近所有的火源,拉下电闸,切断电源,迅速移开附近的易燃物质。另一方面立即灭火。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,否则,反而会引起更大的火灾。少量溶剂(几毫升)着火,若火势小,不能用口吹,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来盖熄。如在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内),可盖上石棉板或湿布盖熄,使之隔绝空气而灭火,绝不能用口吹。火势较大时,千万不能用水浇,应根据具体情况采用下列灭火器材:

(1)泡沫灭火器

泡沫灭火器的灭火液由硫酸铝、碳酸氢钠和甘草精组成,适用于扑救各种易燃、可燃液体及气体火灾,不适用于扑灭电气设备和精密仪器的火灾。

(2)干粉灭火器

钢瓶内装有干粉剂和二氧化碳。干粉主要是由碳酸氢钠、滑石粉、云母粉和硬脂酸组成,适用于扑救各种易燃、可燃液体及气体火灾,以及电器设备火灾,不适用于扑灭精密设备的火灾。

(3)1211 灭火器

1211 灭火器也称为卤代烷型灭火器,装有二氟一氯一溴甲烷灭火剂,它是在氮气压力下以液态灌装在钢瓶里。使用时,拔掉安全销,用力紧握压把启开阀门,即可喷出,射向火焰,立即抑制燃烧的连锁反应,使火焰熄灭。广泛用于扑救各种场合下的油品、有机溶剂、可燃气体、电器设备、精密仪器等火灾。

对于有机溶剂、油浴等的着火,绝对不能用水浇,防止火焰扩展,要用砂或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

如果电器着火,首先应切断电源,再用灭火器灭火,但绝不能用水和泡沫灭火器灭火,因为水能导电,会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火,切勿奔跑,而应立即在地上打滚,邻近人员可用毛毡或防火毯一类东西盖在其身上,使之隔绝空气而灭火,或者打开附近的自来水开关用水扑灭。

总之,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。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭,把灭火器的喷出口对准火焰的底部。在抢救过程中切勿犹豫。

1.2.3.2 玻璃割伤

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,应先取出伤口处的玻璃碎粒或固体物。若伤势不重,用蒸馏水洗后,先进行简单的急救处理,如涂上红药水、万花油,再用纱布包扎;若伤口严重、流血不止,可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧主血管,减慢流血,压迫止血,并随即到医疗单位就诊。

1.2.3.3 药品的灼伤

当强碱、强酸及腐蚀性物质接触了人的皮肤、眼睛时,可能会发生灼伤,为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

(1)酸灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗,然后用 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗涤,再用水洗,涂上氧化锌软膏或硼酸软膏,并将伤口扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的酸,立即用大量水冲洗,用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用水对准眼睛冲洗后,再用 3% 硼酸溶液冲洗眼睛,然后用蒸馏水冲洗。

衣服上——依次用水、稀氨水和水冲洗。

地板上——撒上石灰粉,再用水冲洗。

(2)碱灼伤

皮肤上——先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或 2% 醋酸溶液洗涤,再用水冲洗,再涂上油膏,并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用 3% 硼酸溶液洗涤,然后用蒸馏水冲洗。

衣服上——先用水洗,然后用 10% 醋酸溶液洗涤,再用稀氨水中和多余的醋酸,后用水冲洗。

(3)溴灼伤

如溴弄到皮肤上时,应立即用水冲洗,用乙醇或 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤口,然后用蒸馏水洗净,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在简单的急救之后,应速送医院诊治。

1.2.3.4 烫伤

轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏,重伤者涂以烫伤油膏后,立即送医务室诊治。

1.2.3.5 中毒

溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来,用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据毒物的性质服解毒剂,并立即送医院急救。

(1)腐蚀性毒物

对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮大量的水,然后服用醋、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。

(2)刺激性及神经性中毒

先服牛奶或鸡蛋白使之缓和,再服用硫酸镁溶液(约 30g 溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸入喉部催吐后,立即到医院就诊。

(3)吸入气体中毒

将中毒者移至室外,解开衣领及钮扣,吸入大量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

在使用贴有危险品警示图标的设计和药品时,要特别小心。常见的危险品警示图标如图 1-1 所示。



图 1-1 常见的危险品警示图标

1.2.4 急救用具

消防器材:泡沫灭火器、干粉灭火器、1211 灭火器、砂、石棉布、毛毡、棉胎和淋浴用的水龙头等。

急救药箱:碘酒、双氧水、饱和硼砂溶液、2%醋酸溶液、1%~5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.3 有机化学实验常用的仪器和设备

有机化学实验常用的仪器和设备包括玻璃仪器、金属用具、小型机电设备以及其他的一些仪器设备。了解有机化学实验中所用仪器的性能、选用适合的仪器并正确地使用仪器是对每一个实验者最起码的要求。

1.3.1 有机化学实验常用的玻璃仪器

玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差,但是价格便宜,因此,一般用它制作普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等,软质玻璃制作的仪器均不耐温。

硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝管等。

实验常用玻璃仪器一般分为普通和标准磨口两种。

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。仪器的开口处按照国际统一的尺寸和锥度磨制而成的玻璃仪器称为标准磨口仪器。标准磨口的锥度(即磨口大端直径与小端直径的差值除以磨口的高所得的商值)为 1/10,半锥角为 $2^{\circ}51'45''$ 。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,可以相互连接,使用省时方便又严密安全,目前已逐渐代替同类普通仪器。使用玻璃仪器皆应轻拿轻放。容易滑动的仪器(如圆底烧瓶),不要重叠放置,以免打破。当不同类型规格的部件无法直接组装时,可使用变接头使之连接起来。使用标准磨口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦手续,又能避免反应物或产物被塞子沾污的危险;口塞磨砂性能良好,使密合性可达较高真空度,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。

标准磨口玻璃仪器,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。

标准磨口仪器商品目录的编号次序是仪器配件类别(名称)编号、配件规格、标准磨口规格。其中磨口规格是按照先上后下、先左后右、先口后塞、先直后斜的次序编排的。每个部件在其口、塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志,表明规格。常用的有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等。

表 1-4 是标准磨口玻璃仪器的编号与大端直径。

表 1-4 标准磨口玻璃仪器的编号与大端直径

编号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

有的标准磨口玻璃仪器有两个数字,如 10/20,10 表示磨口大端的直径为 10 mm,20 表示磨口的高度为 20 mm。

有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器如图 1-2 所示,其主要用途如下。

圆底烧瓶用于反应、回流加热及蒸馏等;三口烧瓶可用于反应,各个瓶口分别安装搅拌器、回流冷凝管、温度计及滴液漏斗等。选择烧瓶时应根据所装的物质的量来选择,一般所盛反应物占其容积的 1/3~2/3,水蒸气蒸馏和减压蒸馏时要求不能超过 1/3,减压蒸馏时如蒸馏物质的量太少,可选择梨形烧瓶。

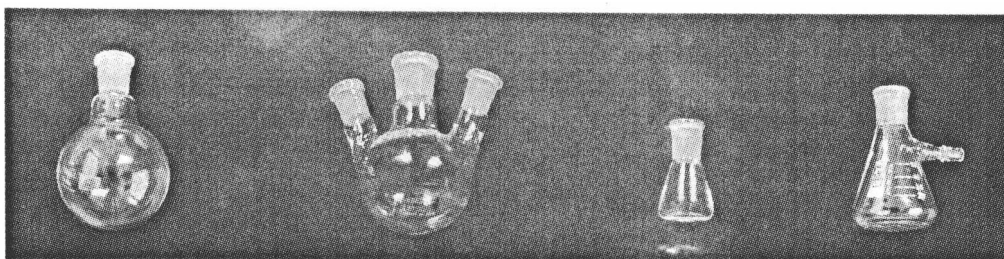
直形冷凝管可用于一般蒸馏的冷凝管,被蒸馏的液体沸点低于 140°C 。被蒸馏的液体沸点高于 140°C 时,用空气冷凝管。球形冷凝管、蛇形冷凝管用于回流时的冷凝。

分液漏斗用于萃取和洗涤。滴液漏斗和恒压滴液漏斗用于向反应体系中滴加液体。使用分液漏斗和滴液漏斗时应注意使用时旋塞处要涂上凡士林,以防漏液和方便转动。涂凡士林的正确方法是在塞旋近把手的一端和漏斗旋塞通道小口内侧涂上一薄层凡士林,然后把旋塞插入并旋转,使凡士林均匀分布。烘干时要将旋塞子取出,使用完毕后应及时清洗并在旋塞与磨口接触处垫上小纸片以防粘结。

常用的非磨口玻璃仪器如图 1-3 所示。

使用玻璃仪器时应注意下列事项:

- (1)使用玻璃仪器时,应轻拿轻放,并握在适当位置,以免折断。
- (2)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;玻璃仪器(试管除外)

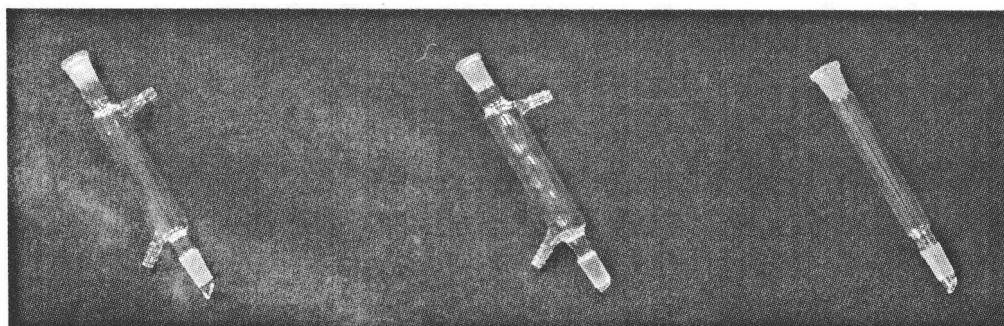


圆底烧瓶

三口烧瓶

锥形瓶

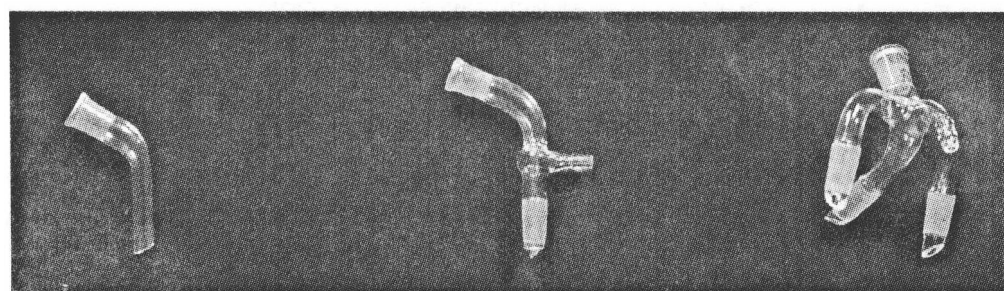
抽滤瓶



直形冷凝管

球形冷凝管

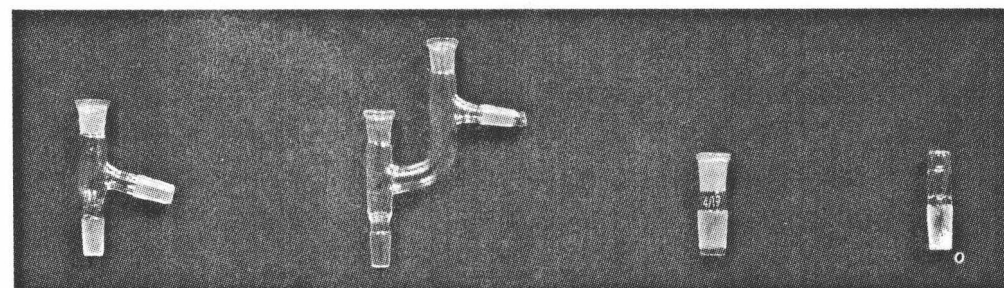
空气冷凝管



接液管(接受管)

真空接液管

多头接液管(燕尾管)



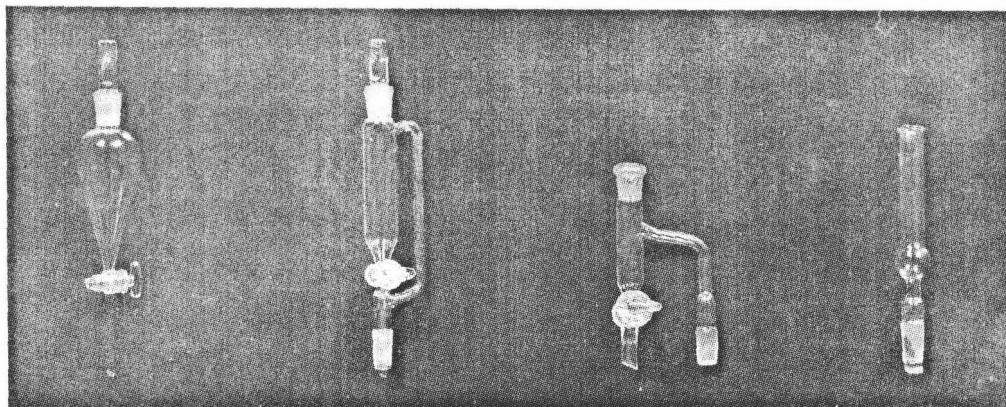
蒸馏头

克氏蒸馏头

大小转换头

空心塞

图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器



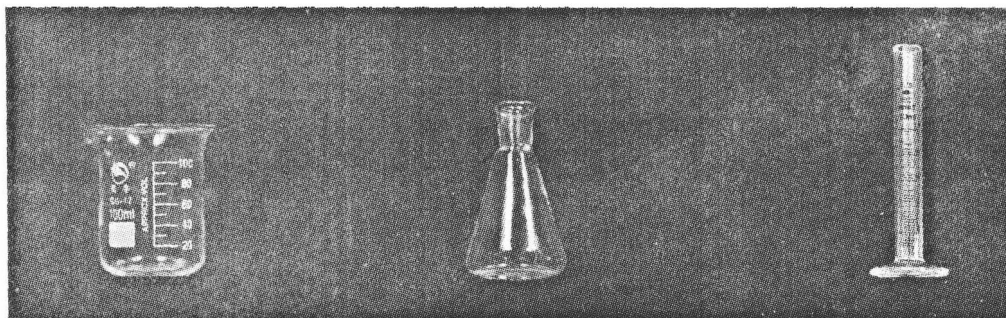
梨形分液漏斗

恒压滴液漏斗

油水分离器

干燥管

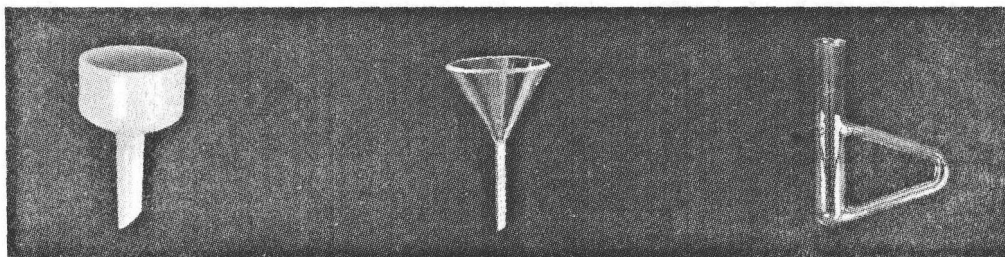
续图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器



烧杯

锥形瓶

量筒



布氏漏斗

三角漏斗

b形管(提勒管)

图 1-3 常用非磨口玻璃仪器

都不能用明火直接加热,防止炸裂,加热时应垫以石棉网。锥形瓶不耐压,不能作减压用。

(3)广口容器(如烧杯)不能用以存放有机溶剂,以免溶剂挥发遇到明火燃烧而发生火灾。

(4)不能把温度计做搅拌棒用,也不能用来测量超过其刻度范围的温度。使用温度计后,应注意不要立即用冷水直接冲洗热温度计,以免炸裂,尤其是水银球部位,应冷却至室温后再冲洗。

(5)装配仪器时,应首先选好主要仪器(如反应瓶)的位置,按照先下后上,从左至右的顺序逐个装配。拆卸时,则按照相反的顺序进行。装配仪器要求做到严密、正确、稳妥和美观。

学生使用的常量玻璃仪器一般是 19 号的磨口仪器,半微量实验中一般采用的是 14 号的磨口仪器。使用磨口仪器时应注意以下几点:

(1)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,导致漏气,甚至会损坏磨口的严密性。

(2)玻璃仪器使用完后应及时拆卸、清洗,各个部件要分开存放,否则磨口容易粘结在一起,很难拆开。如果发生此情况,可用热水煮粘结处或用电吹风吹母口处,使其膨胀而脱落;也可用木槌轻轻敲打粘结处;还可将磨口竖立,往上面缝隙间滴几滴甘油,如果磨口处能被甘油慢慢渗入,也可打开粘结处。

(3)带有磨口活塞的仪器(如分液漏斗、滴液漏斗等)清洗后,如果长时间不用,应在塞子和磨口的接触间夹上纸条以免粘住;分离碱性溶液后,应立即洗净活塞,防止粘住。

(4)安装仪器时,应做到横平竖直、稳当、整齐、美观,磨口连接处不应受歪斜的应力,特别是加热时,应力变大,更容易使仪器破裂。

(5)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粘结在一起,无法拆开。当减压蒸馏时,应在磨口连接处涂真空油脂,以保证装置的密封性。

1.3.2 金属用具

有机实验中常用的金属用具有:铁架、铁夹、铁圈、三脚架、水浴锅、镊子、剪刀、三角锉刀、圆锉刀、压塞机、打孔器、水蒸气发生器、煤气灯、不锈钢刮刀、升降台等。

1.3.3 小型机电设备

(1)电吹风

实验室中使用的电吹风应可吹冷风和热风,供干燥玻璃仪器之用,先用热风吹干再用冷风吹冷,电吹风宜放干燥处,防潮、防腐蚀,定期加润滑油。

(2)电加热套(或叫电热帽)

它是以玻璃丝包裹镍铬电热丝织成碗状的电加热器(如图 1-4),玻璃丝具有隔绝明火的作用,在加热和蒸馏易燃有机物时,具有不易引起着火、热效率高的优点。电热套与变压器配套联用,调温范围宽广,使用时应注意变压器的输出功率不可小于电热套的功率,加热最高温度可达 400℃左右,是有机实验中一种简便、安全的加热装置。电热套的容积一般与圆底容器的容积相匹配,从 50mL 到 5L,各种规格均有。但用电加热套进行蒸馏或减压蒸馏加热时,随着蒸馏的进行,瓶内物质逐渐减少,易使瓶壁过热,造成烤焦蒸馏物的现象,影响蒸馏效果,使用时要控制好温度。

(3)真空旋转蒸发仪

旋转蒸发仪由马达带动可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)、冷凝器和接受器组成(如图 1-5),一般在减压下操作。蒸发器旋转时,液体附于蒸馏器的壁上,形成一层液膜,会使蒸发面大大增加,加快了蒸发速度。由于蒸发器的不断旋转,可免加沸石而不会暴沸。它是浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。使用时要注意:

①当温度高、真空度低时,瓶内液体可能会暴沸。此时应降低真空度以便平稳地进行蒸馏。

②停止蒸发时,先停止加热,再停止抽真空,最后切断电源停止旋转。

(4)调压变压器

调压变压器是调节电源电压的一种装置,常与其他电器联用,用来调节加热电炉的温度或