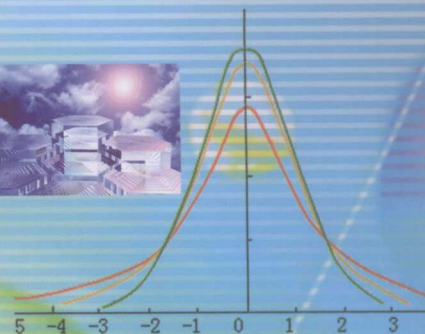


全国高等医药院校规划教材

有机化学实验

主编 陈琳



科学出版社

全国高等医药院校规划教材

有机化学实验

主 编 陈 琳
副主编 张精安 孙福强 关 丽
李 罡

编 委 (按姓氏笔划为序)

丁盈红 (广东药学院)
王秀珍 (广东药学院)
田 勇 (广东药学院)
刘 意 (广东药学院)
关 丽 (广东药学院)
孙福强 (广东药学院)
李 罡 (沈阳药科大学)
宋 健 (广东药学院)
张 秀 (沈阳药科大学)
张精安 (广东药学院)
陈琳 (广东药学院)
高 伟 (广东药学院)
温 露 (广东药学院)



北航

C1680251

科学出版社

北 京

062-33

128

01301102

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

内 容 简 介

本书包括: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;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;高等有机化学合成实验技术及附录。

实验内容以绿色化和实用化为原则;以基础性实验与提高性实验相结合为宗旨,选编了不同层次、不同类型的实验42个。可供高等医药类院校药学、药物制剂、中药学、中药制药、预防医学、临床医学及生物科学等专业的本、专科学生使用,也可供其他相关专业的学生及科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 陈琳主编. —北京:科学出版社,2013.9

全国高等医药院校规划教材

ISBN 978-7-03-038550-5

I. 有… II. 陈… III. 有机化学-化学实验-医学院校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第211367号

责任编辑:周万灏 / 责任校对:刘小梅

责任印制:肖 兴 / 封面设计:范璧合

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>

北京市文林印务有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013年9月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2013年9月第一次印刷 印张:11 1/2

字数:270 000

定价:35.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

化学是一门建立在实验基础上的科学。在化学研究过程中,实验与理论总是相互依赖、彼此促进的。有机化学实验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和创新思维的重任。为了适应21世纪我国高等教育的发展、适应普通高等院校应用型、复合型及创新型人才的培养目标及新增专业的需要;为了提高普通高等医药院校有机化学实验课程的教学水平,我们根据教育部关于化学、应用化学、化工、材料、环境科学和药学等专业“有机化学实验”教学基本要求,结合我校教学改革及多年的教学实践经验,在参考国内外有关实验教材的基础上,编写了本教材。编写的指导思想是厚基础,宽专业,适应性广,体现出加强基础性、应用性,突出现代性、综合性,注重素质、能力及创新精神培养的特点。

全书内容分为八个章节及附录。前四章主要是有机化学实验的基础知识及基本操作,这些内容对于初次接触有机化学实验的学生来说是极为必要的,通过这些内容的学习,旨在加强基本操作技能的培养,确保学生能够规范、正确和熟练地进行实验操作。第五章为有机化合物的性质与鉴定,是有机化学实验的重要组成部分。通过学习,使学生掌握有机化合物各类官能团分析的基本方法。第六章及第七章均为提高性实验,包括综合性实验、设计性实验和研究性实验,它们分别为复合性及开放性实验。在学生掌握了一定的基础知识和基本操作技能后,这些以制备、分离及鉴定(或表征)为一体的提高性实验,可以从多个层次对学生进行综合训练,促使学生运用课堂上所学的一门或多门课程的理论知识,进行实验研究并分析解决实验过程中出现的问题,有利于学生综合能力、创新意识的培养。为了拓宽知识、开阔视野、反映前沿,本书设有专章(第八章)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。这部分内容及提高性有机化学实验,均可作为开放性实验及课余科研活动的选题,供不同兴趣的高年级学生选修,也可为毕业论文的选题研究提供参考。

在实验内容的选择上根据绿色化和实用化的原则,注重环保和绿色化学的发展理念,将常规实验与微型实验结合编写,突出绿色化学效益,部分实验体现了实验方法的多样性,以启迪学生的发散思维,通过引入综合性应用实验,增加设计性及研究性实验内容,以培养学生的实践能力和进行初步的科学研究能力。为学生的自主性学习和个性化学习创造有利的条件。

在每个实验的编排方式和栏目设置方面,贯彻学以致用原则,通过不断的、逐步的引导,有利于学生良好实验习惯和科学实验态度的培养,进而加强对

目 录

前言

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	(7)
第四节 手册查阅和有机化学文献简介	(14)
第五节 实验预习、记录及实验报告的书写	(21)
第二章 有机化学实验基本技术	(26)
第一节 加热	(26)
第二节 冷却	(27)
第三节 回流	(28)
第四节 气体吸收	(29)
第五节 搅拌	(29)
第六节 抽气过滤	(30)
第七节 干燥	(31)
第八节 简单蒸馏与分馏	(35)
第九节 塞子钻孔	(36)
第十节 简单玻璃工操作	(37)
第三章 有机化学实验基本操作	(40)
实验一 常压蒸馏	(40)
实验二 水蒸气蒸馏	(42)
实验三 简单分馏	(44)
实验四 萃取、洗涤和盐析	(46)
实验五 重结晶	(49)
实验六 熔点测定及温度计的校正	(52)
实验七 有机化合物沸点的测定	(54)
实验八 液态有机化合物折射率的测定	(56)
实验九 旋光度的测定	(58)
第四章 有机化合物的基本制备	(61)
实验十 环己烯的制备	(61)
实验十一 1-溴丁烷的制备	(64)
实验十二 正丁醚的制备	(67)
实验十三 2-甲基-2-己醇的制备	(69)
实验十四 苯乙酮的制备	(72)
实验十五 己二酸的制备	(75)
实验十六 乙酸乙酯的制备	(78)

实验十七 乙酸正丁酯的制备	(81)
实验十八 乙酸异戊酯的制备	(83)
实验十九 乙酰苯胺的制备	(85)
实验二十 甲基橙的制备	(87)
实验二十一 发酵法制备乙醇	(90)
实验二十二 苯并咪唑的制备	(93)
第五章 有机化合物的性质与鉴定	(95)
实验二十三 有机化合物的元素定性分析	(95)
实验二十四 烃的化学性质	(98)
实验二十五 醇酚醚的化学性质	(99)
实验二十六 醛和酮的化学性质	(102)
实验二十七 羧酸的化学性质	(103)
实验二十八 羧酸衍生物和取代羧酸的化学性质	(105)
实验二十九 糖的化学性质	(107)
实验三十 胺和尿素的化学性质	(109)
实验三十一 氨基酸和蛋白质的化学性质	(111)
实验三十二 分子模型实验	(114)
第六章 综合性实验	(117)
实验三十三 香豆素-3-羧酸的制备	(117)
实验三十四 昆虫信息素——2-庚酮的制备	(120)
第七章 设计性实验及研究性实验	(128)
实验三十五 经典的解热镇痛药——阿司匹林的制备	(128)
实验三十六 离子液体的制备及在有机合成中的应用	(129)
实验三十七 乙酸异戊酯制备的实验条件研究	(131)
第八章 高等有机合成实验技术	(133)
第一节 反应装置与设备	(133)
第二节 反应后处理	(140)
· 实验三十八 乙酰乙酸乙酯的减压蒸馏	(141)
· 实验三十九 镇痛药片 APC 组分的分离和鉴定	(150)
· 实验四十 菠菜叶色素的柱色谱分离	(154)
· 实验四十一 头发蛋白中部分氨基酸的分离和鉴定	(157)
第三节 有机实验室特殊操作技术	(159)
第四节 现代有机实验操作技术	(165)
· 实验四十二 超声波辐射合成苯甲醇和苯甲酸	(168)
附录	(170)
附录 1 特殊试剂的配制	(170)
附录 2 常用有机溶剂的纯化	(170)
附录 3 有机类实验废弃物的处理	(173)
附录 4 常用希腊字母和读音	(174)
附录 5 常用溶剂的沸点和极性	(174)
附录 6 水的饱和蒸气压	(175)
附录 7 常用酸碱溶液的浓度及相对密度	(175)

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正常而顺利地进行,培养学生良好的实验作风和严密的科学态度,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,了解本次实验的主要步骤、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,并写好预习报告,安排好实验计划。

2. 遵守实验室的各项规章制度和纪律。按时进入实验室,实验过程中要保持安静和良好的秩序,认真仔细地操作,细致入微地观察实验现象,如实记录实验现象和实验结果。不得修改实验结果,也不能写回忆录。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。实验时要胆大心细,注意自身安全,如发生意外事故,应立即报请教师处理。

4. 实验过程中应仔细观察实验现象。养成边进行实验,边实事求是地做好实验记录的习惯。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,要按相关的制度进行赔偿。要节约药品、水、电及消耗性物品。

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,上交实验记录(和预习报告),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;清扫废物桶;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

安全实验是有机化学实验的基本要求,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。

有机化学实验室是一个有潜在危险的工作场所,因为经常要使用一些易燃易爆的溶剂(如乙醚)、气体(如氢气)和药品(如乙炔银),还有有毒药品(如氰化钠)和腐蚀性药品(如氯磺酸)等,如这些溶剂和药品使用不当,就有可能引起着火、爆炸、中毒甚至伤亡等严重事故。此外,易碎玻璃仪器,以及自来水、电器设备等使用不当,也可能会发生事故。一旦发生严重事故,不但危及本人及他人人身安全,还会给国家财产带来不可估量的损失。故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。

一、有机化学实验室安全规则

1. 实验开始前应认真预习实验内容,做好一切准备工作。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。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。

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,按照从下到上,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,所有的仪器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. 实验时,应遵守秩序并保持安静。实验过程中除了思想要集中,操作要认真外,还要注意及时做好实验记录,不得擅自离开实验室,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。实验记录本须经教师签字后方可离开实验室。

4. 严格遵守操作规程,按实验步骤先后顺序进行实验。当进行某些有一定危险的实验时,应根据实验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。注意试剂瓶的瓶盖不要乱放,取完试剂后要及时盖好瓶盖,避免弄错。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。干燥剂取用完毕后,应随即盖上瓶盖,以免吸潮。

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

8. 实验过程中,保持实验室及实验台面整洁。做到桌面、地面、水槽、仪器四净。一些废弃物品放到指定的废弃缸内,实验试剂不得入口,并且严禁在实验室里吸烟及饮食。

9. 遵从教师指导,注意实验安全,熟悉安全用具及急救药箱放置地点和使用方法。如有意外事故发生,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。

10. 实验结束后,轮流值日。打扫实验室,检查和关好水、电、煤气等开关和门窗。

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以及在万一发生事故时能及时正确地处理,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、溶剂多数是易燃的,很多在室温时具有较大蒸气压(特别是低沸点的溶剂)。当空气中混杂的易燃溶剂蒸汽或易燃易爆气体的浓度在其爆炸极限范围内,而室温又在其闪点温度以上时,一旦遇明火或火星,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。故着火燃烧是发生率较高的实验事故。

1. 常见一些着火燃烧情形

- (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) 使用金属钠时,不小心使金属钠接触到水或潮湿的台面、抹布等引起燃烧。

此外,由于多数有机反应经常需加热,如热源选择不当或装置安装不规范时,也容易引起火灾。故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。一般化合物的闪点愈低,愈易燃烧,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:

- (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,实验人员不得离开实验室,以便火灾发生时及时处理。
- (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。易燃易挥发有机溶剂不得倒入敞口废物缸内,要设法回收或装入指定瓶中。一般少量废弃溶剂要集中处理,极少量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有机溶剂除外)。切忌将燃着的或带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(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。

(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;火势较大时,需用灭火器喷熄。反应器内着火时,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭。如实验者身上衣服着火,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 water 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) 防暴与急救

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. 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。如乙醚爆炸极限为1.85%~48%,说明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愈宽,爆炸的危险性就愈大。

(3) 某些溶剂(如乙醚、二氧六环、四氢呋喃等)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受器(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(如钠等)、金属有机化合物(如氢化铝锂)遇水会剧烈燃烧,甚至爆炸。

爆炸所致损失不可估量,应引起实验者高度重视。

2. 一些主要防爆安全措施

(1) 实验时,要正确安装仪器,严格执行操作规程,不要擅自改动实验程序。如确实有必要改动时,须征得指导教师同意后方可进行。

(2) 易爆实验操作,最好在通风橱内进行,同时采取必要的安全措施,如佩戴防护面罩或防护眼镜,并设置防爆屏。

(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。如有,须加入还原剂(如硫酸亚铁等)予以除去,蒸馏时也不可待瓶内液体蒸干。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) 危险残渣残液(如钠屑、煤气废液)须小心销毁或放在指定容器中。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。毒性有大有小,有急有慢,对人体都会有不同程度毒害。其作用方式和伤害部位也不相同。

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

中毒最基本的方法是:

- (1) 对于有机化合物,未真正了解其性质之前,处理时应小心,将其当成有毒物质对待。
- (2) 试剂取用后应立即盖上盖子,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,要立即用酒精擦洗,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,同样饮大量水,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,禁吃呕吐剂。

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

(3) 吸入气体中毒: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,然后将触电者移至杉木板上,进行人工呼吸,立即送院急救。

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;玻璃工操作须规范,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,送院诊治。

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)以及玻璃仪器;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% 乙酸溶液洗涤;眼睛灼伤用 1% 硼酸清洗。

(3) 溴灼伤:以酒精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。为预防水溢,平时要注意清洁水槽。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,橡皮管又因套得不牢而弹开最终造成溢水。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,应及时关掉冷凝水龙头。离开实验室时,一定要关掉水阀总开关。

第三节 有机化学实验常用玻璃仪器和设备

有机化学实验室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。一般大多使用标准磨口仪器。

一、普通玻璃仪器

图 1-1 是有机化学实验常用的一些普通玻璃仪器示意图。

二、标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器指具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器,具有标准化、通用化及系列化的特点。标准磨口玻璃仪器是按国际通用技术标准制造的,常见标准磨口规格为 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等,数字编号指磨口最大端直径毫米数(有些编号较实标大端直径略大或略小)。其中 14、19、24、29 为最常用标准磨口规格。有的标准磨口玻璃仪器也用 2 个数字表示,如 10/30,其中 10 表示磨口大端的直径毫米数,30 表示磨口高度。

规格相同的内外磨口仪器可相互紧密连接,且均可任意互换,故各部件能组装成各种配套仪器。规格不同的部件不能直接连接。但可使用变径接头(如 19 与 24 或 24 与 19),使之彼此连接。此类接头有 2 种规格,上大下小或上小下大,可根据实际情况选用。因标准磨

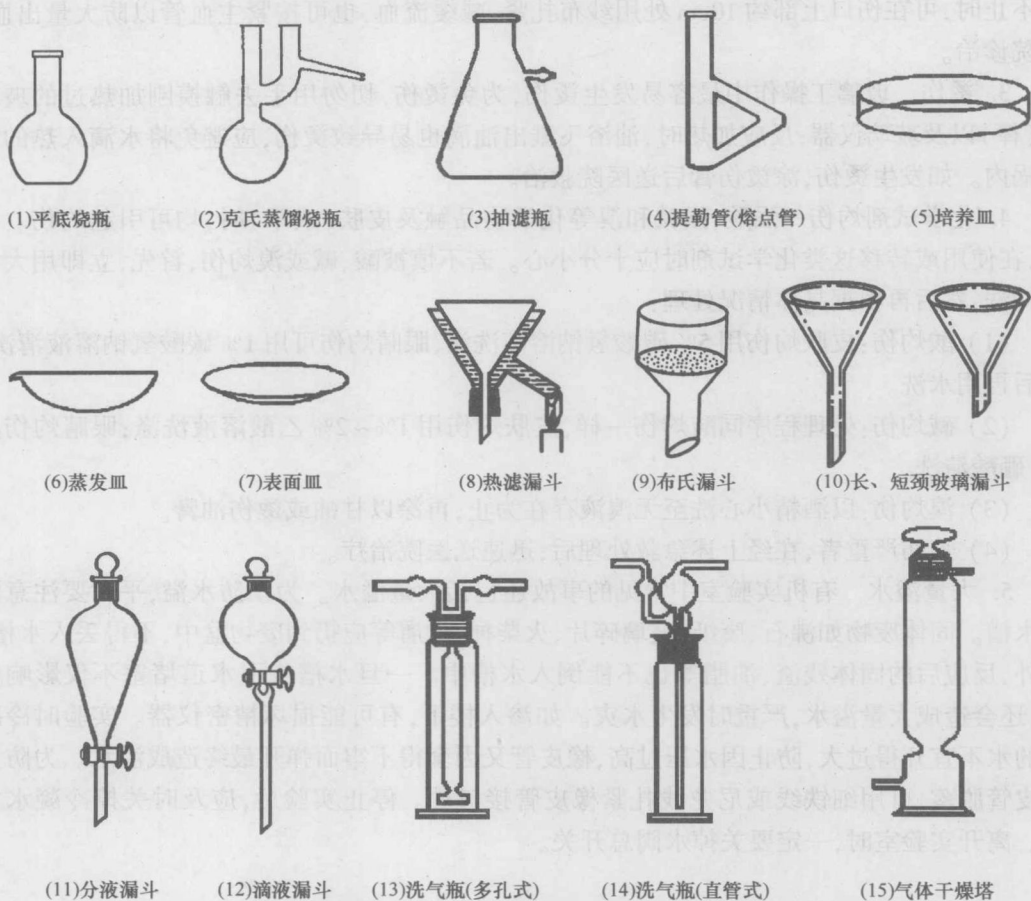


图 1-1 有机化学实验室常用普通玻璃仪器

口仪器既可免去配塞子的麻烦,又能避免塞子沾污反应物或产物,且磨口与磨塞性能良好,密性好,故对蒸馏尤其是减压蒸馏有利,对于有毒物质或挥发性液体存在的实验较为安全。图 1-2 列出了有机化学制备实验常用的标准磨口玻璃仪器。

标准磨口玻璃仪器使用时应注意:

1. 仪器连接时要轻微对旋,不可用力过猛。磨口连接处不能歪斜,从上下或左右看起来呈一直线或处于同一平面内,以免应力集中而使仪器破损。
2. 磨口表面须保持清洁,如沾有固体物质,要用纸巾或软布擦干净,注意不能黏附棉絮。否则会导致仪器接口处漏气,同时也会损坏磨口。
3. 磨口仪器使用时一般不需在磨口处涂润滑剂以免沾污产物,但如反应体系中有强碱性物质,则要涂润滑剂以防黏结。此外,减压蒸馏时也要涂一些真空油脂一号,以防粘连和漏气,且便于装拆。涂抹油脂或润滑剂时须细心地在磨口大的一端涂上薄薄一层,勿涂得过多,以防沾污产物。
4. 磨口仪器使用完毕后,须立即拆卸洗净。否则,对接处会粘牢,以致拆卸困难甚至损坏仪器。清洗磨口时,为防止损坏磨口,应避免用“去污粉”擦洗。分液漏斗及滴液漏斗用毕洗净后,应在活塞处垫一小纸片或涂上薄薄一层凡士林润滑,防止粘结而无法打开活塞。

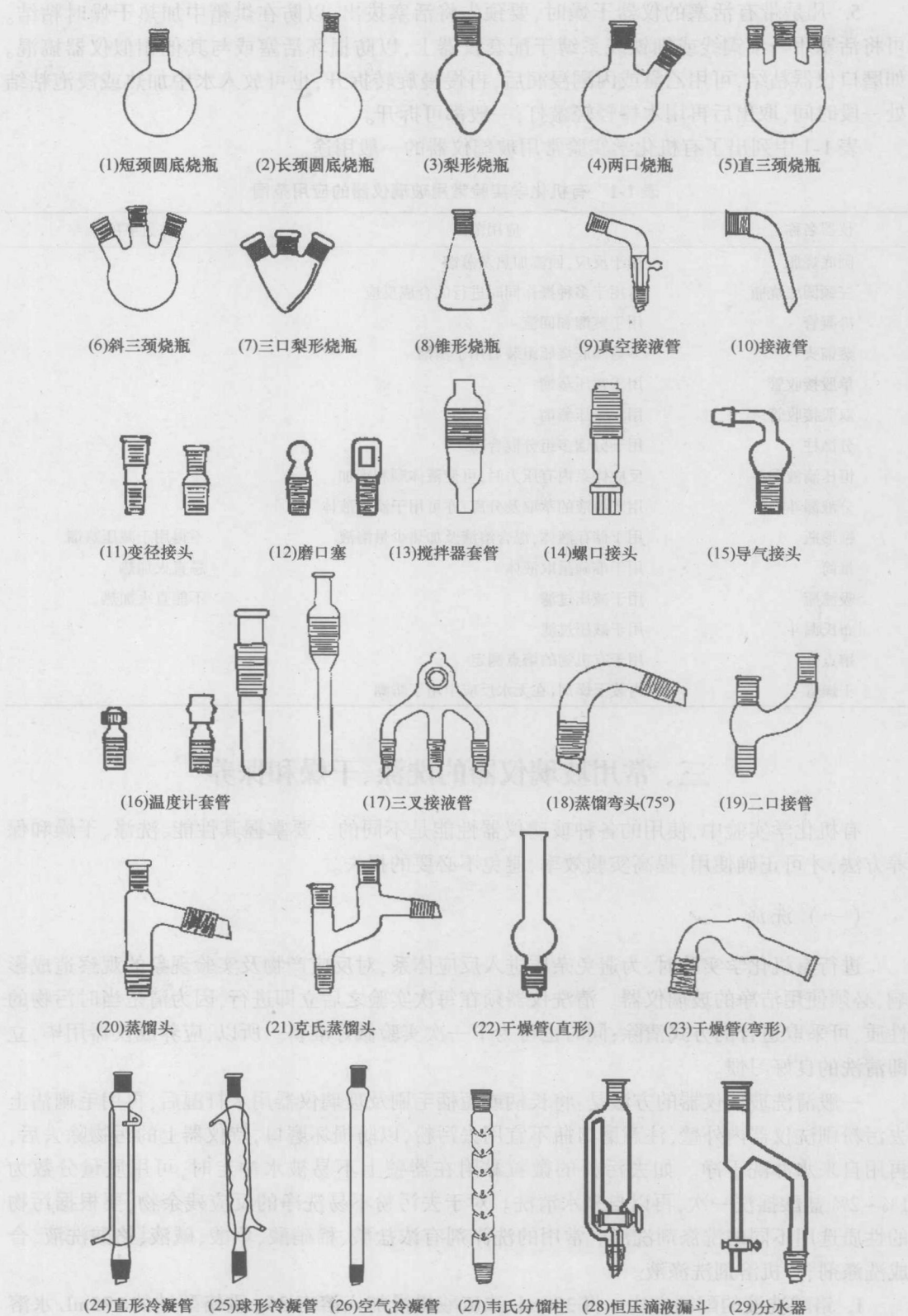


图 1-2 有机化学制备实验常用的部分标准磨口玻璃仪器

5. 凡是带有活塞的仪器干燥时,要预先将活塞拔出,以防在烘箱中加热干燥时粘结。可将活塞用一细铜线或细铁线系缚于配套仪器上,以防损坏活塞或其他相似仪器搞混。如磨口仪器粘结,可用乙醚或丙酮浸润后,再慢慢旋转拆开,也可放入水中加热或浸泡粘结处一段时间,取出后再用木棒轻轻敲打,一般都可拆开。

表 1-1 中列出了有机化学实验常用玻璃仪器的一般用途。

表 1-1 有机化学实验常用玻璃仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	注意事项
圆底烧瓶	用于反应,回流加热及蒸馏	
三颈圆底烧瓶	适用于多种操作同时进行的合成反应	
冷凝管	用于蒸馏和回流	
蒸馏头	多与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	
单股接收管	用于常压蒸馏	
双股接收管	用于减压蒸馏	
分馏柱	用于分馏多组分混合物	
恒压滴液漏斗	反应体系内有压力时,可使液体顺利滴加	
分液漏斗	用于溶液的萃取及分离;亦可用于滴加液体	
锥形瓶	用于储存液体,混合溶液及加热少量溶液	不得用于减压蒸馏
量筒	用于准确量取液体	忌直火加热
吸滤瓶	用于减压过滤	不能直火加热
布氏漏斗	用于减压过滤	
熔点管	用于有机物的熔点测定	
干燥管	内装干燥剂,在无水反应中用于防潮	

三、常用玻璃仪器的洗涤、干燥和保养

有机化学实验中,使用的各种玻璃仪器性能是不同的。要掌握其性能、洗涤、干燥和保养方法,才可正确使用,提高实验效率,避免不必要的损失。

(一) 洗涤

进行有机化学实验时,为避免杂质进入反应体系,对反应产物及实验现象的观察造成影响,必须使用洁净的玻璃仪器。清洗仪器须在每次实验之后立即进行,因为清楚当时污物的性质,可采取适合的方式清除;同时也可为下一次实验做好准备。所以,应养成仪器用毕,立即清洗的良好习惯。

一般清洗玻璃仪器的方法是:将长柄或短柄毛刷及玻璃仪器用水打湿后,再用毛刷沾上去污粉刷洗仪器内外壁,注意磨口瓶不宜用去污粉,以防损坏磨口,待仪器上的污物除去后,再用自来水冲洗干净。如去污粉的微粒黏附在器壁上不易被水冲走时,可用质量分数为 1%~2% 盐酸摇洗一次,再以自来水清洗。对于去污粉不易洗净的反应残余物,要根据污物的性质选用不同的洗涤剂洗涤。常用的洗涤剂有浓盐酸、稀硝酸、草酸、碱液、铬酸洗液、合成洗涤剂、有机溶剂洗涤液。

1. 铬酸洗液的配制方法 将 300mL 浓硫酸慢慢加入溶有 35g 重铬酸钠的 175mL 水溶液中,配好的洗液呈红棕色。

2. 碱性乙醇溶液的配制方法 取 60g 氢氧化钠溶于 60mL 水中,再加入 500mL 质量分数为 95% 的乙醇,配好的洗液为无色液体。

洗涤剂选用的一般原则为:酸性(或碱性)的污垢选用碱性(或酸性)洗液进行清洗,有机污垢可用碱液或有机溶剂洗涤。有时也根据污物的具体情况采用价格较低或回收的有机溶剂浸泡后洗涤。但不得盲目使用各种试剂和溶剂来清洗仪器,否则不但浪费,还会带来危险。如残留有溴的仪器,用丙酮清洗时,会产生强力催泪剂——溴化丙酮。对于玻璃仪器壁上的陈迹还可以先用洗液浸泡一段时间后,再清洗除去。

由于有机反应种类繁多且反应过程复杂,清洗工作有时也较困难,但按以上方法洗涤后,一般均可达到使用要求,即将一个洗净的玻璃仪器倒置时,器壁上不挂水珠,否则,需重新清洗。需要注意的是,洗净后的仪器不能用抹布、滤纸等擦干。

有些实验(如用于精制产品或用于有机分析实验用的器皿),对玻璃仪器的洁净程度要求很高,故用上述方法处理后,还须用少量蒸馏水洗 2~3 次,除去由自来水带来的杂质。

(二) 干燥

在一些有机反应中,水的存在往往会影响化学反应速率和产率,甚至有些反应还需要在绝对无水的条件下才能进行(如 Grignard 反应),所以仪器洗净后还要经过干燥。最简单的干燥方法是把仪器倒置,使水自然流下,晾干即可。但这只适用于一般无水要求的实验,绝对无水时,可将仪器放入烘箱或气流干燥器上烘干。烘干仪器时,要将玻璃仪器从上层向下层放置,器皿口向上;一些带有磨砂口玻璃塞的仪器,必须取出活塞后,才可进行烘干;烘箱内的温度保持在 100~105℃,约半小时。待烘箱内的温度降至室温且仪器也冷至室温后,再取出仪器,否则水气会在器壁上凝聚;切不可把很热的玻璃仪器取出,置于冷的金属表面上或骤然碰到冷水,以免破裂。当烘箱已工作时,则不能往上层放入湿的器皿,以免水滴下落,使热的器皿因骤冷而破裂。需要急用的仪器,可倒尽其中残留的水后,以少量质量分数为 95% 乙醇溶液或丙酮荡洗,之后将溶剂倒入回收瓶中,仪器先用电吹风吹冷风 1~2min。待大部分溶剂挥发后,再吹热风至其完全干燥,最后又吹入冷风使之冷却。切不可先吹热风,以免有机蒸气发生爆炸。

(三) 保养

玻璃仪器使用及保养时应注意:

1. 玻璃仪器易碎,要轻拿轻放。
2. 玻璃仪器中除烧杯、烧瓶及试管外,都不能用直火加热。
3. 平底烧瓶及锥形瓶是不耐压的仪器,减压蒸馏时不能用作接收器。
4. 带活塞的玻璃器皿如分液漏斗、滴液漏斗等用毕洗净后要在活塞和磨口间垫上小纸片或涂上润滑剂,以防粘结。在烘箱中烘干时,须将活塞抽出后方能干燥。
5. 温度计使用时,不能测量超过其最高刻度的温度;不可作为搅拌棒使用;也不能长时间放在高温的溶剂中。温度计用后要令其自然冷却至室温,特别是在测量高温之后,切不可立即用水冲洗,否则会导致炸裂或汞柱断线,待冷却洗净后保存。温度计水银球部位的玻璃很薄,易被打破,应放入温度计盒内保管。

6. 冷凝管通水后会变得很重,安装时要用冷凝管夹夹在其重心所在之处,以免翻倒。高温蒸馏(被蒸馏物质的沸点超过 140℃)时,120℃后要将直形冷凝管换为空气冷凝管,否则会因内外温差太大而炸裂。使用和存放时应保护好冷凝管进出水支口,以免打碎。