



普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验

刘庆俭 编著



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验

刘庆俭 编著

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书共八章,包括有机化学实验与实验室简介、有机化合物的分离纯化、有机化合物的基本物理性质测定、单步制备实验、系列多步合成实验、天然与非天然产物提取、有机合成特殊方法与技术、综合设计实验。本书包括单元操作实验 13 个(分离纯化实验 9 个,性质测定实验 4 个)、制备与合成实验 93 个、天然与非天然产物提取实验 7 个、有机合成特殊方法与技术实验 6 个,另有综合设计实验 12 个,共 131 个实验。本书的特点是内容丰富而简明,实验系列化,投料小常量化,溶剂安全、经济、绿色化。

本书可作为高等学校有机化学实验教材,适用专业包括化学、应用化学、高分子化学以及化工、制药、生物、医学、食品、环境、材料等。本书还可用于开放性与研究性实验或学习有机合成设计,也可供相关专业研究生与专业技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/刘庆俭编著. —北京:科学出版社,2015. 8
普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-045529-1

I. ①有… II. ①刘… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 205221 号

责任编辑:陈雅娟 / 责任校对:赵桂芬
责任印制:徐晓晨 / 封面设计:迷底书装

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>

北京厚诚则铭印刷科技有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 8 月第 一 版 开本:720×1000 B5

2015 年 8 月第一次印刷 印张:14 5/8

字数:283 000

POD 定价: 44.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

本书是高等学校有机化学实验教材,可供化学、应用化学、高分子化学以及化工、制药、医学、生物、食品、环境、材料等专业本科生使用,也可供学生开展开放性与研究性实验或学习有机合成设计,同时可供相关专业研究生与专业技术人员参考。

全书共八章,包括有机化学实验与实验室简介、有机化合物的分离纯化、有机化合物的基本物理性质测定、单步制备实验、系列多步合成实验、天然与非天然产物提取、有机合成特殊方法与技术以及综合设计实验。本书包括制备与合成实验 93 个、天然与非天然产物提取实验 7 个、有机合成特殊方法与技术实验 6 个,另有单元操作实验 13 个(分离纯化实验 9 个,性质测定实验 4 个)、综合设计实验 12 个,共 131 个实验。

本书的特点是:实验数量多、内容丰富但编写精炼简明,因而篇幅并不大;实验系列化——在各类化合物制备实验的基础上,精选组合 22 个系列,共 51 个实验;反应投料小常量,固体用 10~30 mmol,物质的量(mol)取整,因为称量不是问题(现在固体称量一般用电子天平),液体多用 4~10 mL,体积取整且是偶数,此用量易于准确量取(10 mL 量筒),这样既保证常规分离纯化操作训练,又可节约投料;溶剂安全、经济、绿色化——提取、重结晶、层析等所用溶剂的选择遵循安全、经济与绿色的原则。

本书在实验内容的取舍与编写方式上都做了许多有益的尝试,体现了多层次、系列化、立体化与综合化。制备合成实验以基本实验操作为基础,围绕各类化合物(官能团)和重要反应两条主线展开,增加一些重要的反应与有意义的化合物的制备。天然产物提取部分增加了非天然产物提取。本书强化波谱在有机化合物结构表征中的应用,每个制备合成或提取实验后都有波谱测定与表征。每个实验后都给出针对本实验的问题,供使用者思考学习。综合设计实验遵循综合性、设计性、研究性、创新性与应用性的原则,仅给出合成设计路线,大多给出参考文献。使用者应首先查阅文献资料、设计合成路线与实验方案,评估其可行性与安全性,然后才能实施实验。本书是作者多年来实验工作的积累和总结。相信这是一本内容丰富、信息量大、可选择度高、实用、好用的实验教材。

本书未包含有机化合物性质实验部分,这是考虑到目前的实际教学状况,性质实验大多不做了,所以未列入。性质实验在有机化学与实验教学中占有特殊的地位,因此本书若能再版,将力求增加这一部分。对于每个实验的编写,没有完全按

照标准的教案格式处理,如实验目的要求、重点难点等,作者认为这些应该由使用者自己拟订。本书未附波谱图,使用者应该用实验得到的样品自行做波谱测定(现在一般具备这样的教学条件)并归属表征,这应是实验的一部分。本书未附常用数据资料,需要的话使用者应该自己查阅权威的文献,这是训练,也是一种能力。

感谢有机化学教研室参加实验教学工作的同事:梁芳珍、黄汝骐、赵建霞、吴祥雯、马建平、王蔚平、侯昭升、靳国霞、焦晓云、孔凡鹏等老师。感谢化学化工与材料科学学院领导的支持与鼓励。我的研究生参与了绘图工作,特此感谢。

限于作者水平,疏漏、不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

刘庆俭

山东师范大学,济南

2015年6月

目 录

前言

第一章 有机化学实验与实验室简介	1
第一节 有机化学实验简介	1
第二节 有机化学实验室安全	2
第三节 有机化学实验常用仪器与设备	7
第四节 有机化学实验常用装置	14
第五节 有机化学实验加热与冷却	17
第二章 有机化合物的分离纯化	20
第一节 干燥	20
第二节 重结晶	23
实验 1 重结晶尿素与乙酰苯胺	29
第三节 升华	29
实验 2 升华提纯萘与苯甲酸	31
第四节 蒸馏	31
实验 3 蒸馏分离甲醇与丁醇混合物	34
第五节 分馏	34
实验 4 分馏分离甲醇与丁醇混合物	36
第六节 减压蒸馏	37
实验 5 减压蒸馏苯甲酸乙酯	40
第七节 水蒸气蒸馏	41
实验 6 水蒸气蒸馏苯胺	44
第八节 萃取分离	44
实验 7 混合物的萃取分离与纯化	48
第九节 薄层层析与柱层析	49
实验 8 薄层层析分离硝基苯胺混合物	52
实验 9 柱层析分离硝基苯胺混合物	55
第三章 有机化合物的基本物理性质测定	57
第一节 熔点测定	57
实验 10 已知与未知物熔点测定	61
第二节 沸点测定	61

实验 11 常量与微量法沸点测定	63
第三节 折光率测定	63
实验 12 已知与未知液体折光率测定	66
第四节 旋光度测定	67
实验 13 酒石酸与果糖的旋光度测定	69
第四章 单步制备实验	71
第一节 烯烃的制备	71
实验 14 环己烯的制备	71
第二节 卤代烃的制备	72
实验 15 溴乙烷的制备	73
实验 16 1-溴丁烷的制备	74
实验 17 叔丁基氯的制备	76
实验 18 异丁基氯的制备	77
实验 19 1,2-二溴乙烷的制备	77
实验 20 1,4-二溴丁烷的制备	79
实验 21 3-溴环己烯的制备——NBS 溴代	80
实验 22 溴苯的制备	81
第三节 醇的制备	82
实验 23 正戊醇的制备——Bouveault-Blanc 还原	83
实验 24 正庚醇的制备——铁还原法	83
第四节 醚的制备	84
实验 25 乙醚的制备	85
实验 26 丁醚的制备	86
实验 27 香料 2-萘乙醚的制备——Williamson 合成	88
第五节 醛酮的制备	89
实验 28 环己酮制备——铬酸氧化	90
实验 29 苯乙酮的制备——Friedel-Crafts 酰基化	91
实验 30 2,4-二羟基苯乙酮的制备	93
实验 31 查尔酮的制备——Claisen-Schmidt 缩合	94
实验 32 水杨醛的制备——Reimer-Tiemann 反应	95
第六节 羧酸的制备	96
实验 33 己二酸的制备——高锰酸钾氧化法	97
实验 34 呋喃丙烯酸制备——Perkin 缩合	98
第七节 羧酸与醇的一锅制备——Cannizzaro 反应	99
实验 35 苯甲酸与苯甲醇的制备	99

实验 36 呋喃甲酸与呋喃甲醇的制备	100
第八节 羧酸酯的制备	102
实验 37 乙酸乙酯的制备——Fischer-Speier 酯化反应	102
实验 38 香料乙酸丁酯的制备	103
实验 39 苯甲酸乙酯的制备	104
实验 40 冬青油——水杨酸甲酯的制备	106
实验 41 阿司匹林——乙酰水杨酸的制备	107
实验 42 增塑剂邻苯二甲酸二丁酯的制备	109
第九节 酰氯的制备	111
实验 43 乙酰氯的制备	111
实验 44 苯甲酰氯的制备	112
第十节 酰胺的制备	113
实验 45 乙酰苯胺的制备	113
实验 46 扑热息痛——对乙酰氨基苯酚的制备	114
实验 47 马尿酸——苯甲酰甘氨酸的制备	115
第十一节 酚的转化	116
实验 48 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备——酚的硝化	116
实验 49 双酚 A 的制备——酚的缩合	118
实验 50 1,1'-联萘-2,2'-二酚的制备——酚的氧化偶联	119
第十二节 双烯合成——Diels-Alder 反应	121
实验 51 蒽与马来酸酐的环加成	121
实验 52 环戊二烯与对苯醌的环加成	122
第十三节 杂环的合成	123
实验 53 降压药硝苯地平的制备——Hantzsch 二氢吡啶合成	123
实验 54 8-羟基喹啉的制备——Skraup 合成	125
实验 55 巴比妥酸的制备	126
第五章 系列多步合成实验	128
系列一 二苯甲醇丙醚化	128
实验 56 二苯甲醇的制备——化学还原法	128
实验 57 二苯甲醇丙醚化与结构表征	129
系列二 Grignard 试剂制备及其合成应用	131
实验 58 2-甲基-2-己醇的制备——Grignard 合成	131
实验 59 三苯甲醇的制备	133
系列三 苯胺系列	134
实验 60 硝基苯的制备	134

实验 61 苯胺的制备	135
实验 62 对氨基苯磺酰胺的制备	136
实验 63 对溴苯胺的制备	139
系列四 安息香系列	140
实验 64 安息香的制备——维生素 B ₁ 催化安息香缩合	140
实验 65 二苯乙二酮的制备——三氯化铁氧化法	142
实验 66 二苯羟乙酸的制备——二苯羟乙酸重排	143
实验 67 抗疟药苯妥英——二苯乙内酰脲的合成	145
系列五 肉桂酸系列	146
实验 68 肉桂酸的制备——Perkin 缩合	146
实验 69 氢化肉桂酸的制备——催化加氢	147
实验 70 α -苯基肉桂酸的制备与异构体分离	150
系列六 香豆素系列	151
实验 71 香豆素的制备——Perkin 缩合	151
实验 72 香豆素-3-甲酸的制备——Knoevenagel 缩合	152
系列七 Claisen 酯缩合——乙酰乙酸乙酯制备及其合成应用	154
实验 73 乙酰乙酸乙酯的制备——Claisen 酯缩合	154
实验 74 止咳酮——4-苯基-2-丁酮的制备	156
实验 75 香料与信息素 2-庚酮的合成	158
实验 76 苯甲酰乙酸乙酯的制备	159
系列八 丙二酸酯的制备及其合成应用	161
实验 77 丙二酸二乙酯的制备	161
实验 78 己酸的制备	162
系列九 相转移催化 Carbene 反应	163
实验 79 三乙基苯甲基氯化铵的制备	164
实验 80 相转移催化合成扁桃酸	165
实验 81 7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷的制备	166
系列十 苯氧乙酸类植物生长调节剂的合成	167
实验 82 苯氧乙酸的合成	167
实验 83 对氯苯氧乙酸的合成	168
实验 84 2,4-二氯苯氧乙酸的合成	169
系列十一 解热镇痛药贝诺酯——乙酰水杨酸对乙酰氨基苯酯的合成	170
实验 85 乙酰水杨酰氯的制备	170
实验 86 乙酰水杨酸对乙酰氨基苯酯的合成	171
系列十二 局部麻醉剂苯佐卡因——对氨基苯甲酸乙酯的合成	172

实验 87	对硝基苯甲酸的制备	172
实验 88	对硝基苯甲酸乙酯的制备	173
实验 89	对氨基苯甲酸乙酯的制备	174
系列十三	邻苯二甲酰亚胺的合成应用	175
实验 90	苯甲胺的制备——Gabriel 合成	175
实验 91	邻氨基苯甲酸的制备——Hofmann 重排	176
系列十四	Friedel-Crafts 烷基化反应	177
实验 92	叔丁基苯的制备	177
实验 93	对二叔丁基苯的制备	178
系列十五	Wittig 反应	179
实验 94	1,2-二苯乙烯的制备	179
实验 95	1,4-二苯基-1,3-丁二烯的制备	181
系列十六	Beckmann 重排	181
实验 96	环己酮肟的制备	181
实验 97	己内酰胺的制备	182
系列十七	烯胺与 Stork 反应	183
实验 98	2-乙酰基环己酮的制备	183
系列十八	偶氮指示剂的合成	185
实验 99	对氨基苯磺酸的制备	185
实验 100	甲基橙的制备——重氮盐偶联反应	186
系列十九	冠醚的合成	188
实验 101	二(2-氯乙基)醚的制备	188
实验 102	二苯并-18-冠-6 的合成	189
系列二十	苯炔的捕获及其合成应用	190
实验 103	经由苯炔制备 α -萘酚	190
系列二十一	鲁米诺合成与化学发光	191
实验 104	鲁米诺合成及其化学发光性能研究	192
系列二十二	α -苯乙胺的制备及其外消旋体拆分	194
实验 105	α -苯乙胺的制备——Leuckart 反应	194
实验 106	α -苯乙胺外消旋体拆分	196
第六章	天然与非天然产物提取	198
实验 107	从橙皮中提取橙油——水蒸气蒸馏	198
实验 108	菠菜叶色素提取及其薄层层析分离鉴定	199
实验 109	从茶叶中提取咖啡因	203
实验 110	从烟叶中提取烟碱	204

实验 111	从黑胡椒中提取胡椒碱	205
实验 112	从黄连中提取黄连素	207
实验 113	由废旧饮料瓶回收对苯二甲酸	208
第七章	有机合成特殊方法与技术	210
第一节	电化学合成	210
实验 114	碘仿的电化学制备	210
实验 115	正二十六烷的电化学制备——Kolbe 电解反应	211
第二节	光化学合成	212
实验 116	苯频哪醇的光化学制备	212
实验 117	偶氮苯的光异构化	213
第三节	微波辐射促进合成	214
实验 118	微波促进合成肉桂酸乙酯	214
实验 119	Monastrol 的无溶剂微波促进合成	215
第八章	综合设计实验	217
实验 120	合成中间体四氢萘酮的合成——Haworth 合成	217
实验 121	神经递质 γ -氨基丁酸的合成	217
实验 122	局部麻醉药普鲁卡因的合成	218
实验 123	局部麻醉剂利多卡因——二乙氨基乙酰 2,6-二甲基苯胺 的合成	219
实验 124	镇静药物苯巴比妥的合成	219
实验 125	黄酮与黄烷酮的合成	220
实验 126	5,5-二甲基-1,3-环己二酮的合成	220
实验 127	1,3-环己二酮的合成	221
实验 128	5-苯基-1,3-环己二酮的合成	221
实验 129	戊二酸酐的制备	222
实验 130	7-辛酮酸与辛酸的合成	223
实验 131	药物中间体 4,7-二氯喹啉的合成	223
参考文献	224

第一章 有机化学实验与实验室简介

本章简单介绍有机化学实验、有机化学实验室安全、事故预防与处理,有机化学实验常用仪器、设备与装置。

第一节 有机化学实验简介

一、有机化学实验的目的和内容

有机化学是以有机化学实验为基础的学科。有机化学实验是有机化学的重要组成部分,学习有机化学必须学习做有机化学实验。

有机化学实验的教学目的是使学生掌握有机化学实验的基本原理、基本知识与基本技能;验证有机化学理论和知识;训练学生独立进行有机化学实验的动手能力、观察能力、分析问题与解决问题的能力;使学生掌握普通有机化合物的实验室制备及其分离纯化方法与结构表征;培养学生理论联系实际的工作作风、实事求是的科学态度、善于探索的创新意识,培养学生严谨、细致、节约的良好实验室习惯,为以后进一步学习、工作打下良好的基础。

将安全有序、认真细致、科学理性、整洁卫生、节约资源和重视基本操作、强调规范化操作贯穿实验教学始终。

有机化学实验内容包括有机化学实验基本原理、基础知识与基本技术、基本单元操作、简单制备与多步合成、天然与非天然产物提取、有机合成特殊方法与技术、有机化合物波谱测定与结构表征、综合设计与研究创新性实验等。

二、有机化学实验学习要求

学习有机化学实验要求学生提前预习、精心准备、仔细实验、详实记录、认真书写实验报告。

预习、实验与报告是学习有机化学实验的三个重要环节。

(一) 预习

实验预习是做好实验的第一步。学生应认真阅读实验教材,查阅相关文献资料,做到实验目的明确、实验原理清楚,熟悉实验内容、所用仪器与装置,了解实验所用原料、试剂与溶剂的基本性能、特殊与安全性,了解实验有关注意事项。在此基础上,写出预习实验报告。

(二) 实验

要求独立完成实验。学生应认真听取指导教师讲解,做好实验各项准备工作,正确、科学、合理地选择玻璃仪器并安装实验装置,集中精力实施并完成实验,密切注意并仔细观察实验现象,详实地记录实验过程、现象与结果。

实验完成后,应对实验过程、现象(正常的和异常的)与结果认真总结、深入思考、科学分析、逻辑推理,最终得出结论。

(三) 实验报告

学生应及时书写实验报告。实验报告内容包括实验目的要求、实验原理、实验步骤及现象、实验结果、实验装置、结果讨论、结论、回答问题等。实验报告是实验的总结报告,是实验的升华与凝练,是科学研究论文写作的初步训练。因此,学生应高度重视、积极对待,认真书写完成实验报告。

认真做好实验室值日,积极维护实验室的安全、有序、整洁与卫生。

第二节 有机化学实验室安全

有机化学实验室是进行有机化学实验的场所。有机化学实验使用大量的有机溶剂与试剂,它们大多易挥发、易燃,有的易爆、腐蚀性强、毒性高。有机化学实验使用大量的玻璃仪器及其装置,不正确使用或操作可能会导致发生安全问题甚至事故。因此,有机化学实验室是潜在高危险性的场所。在有机化学实验室做实验应高度重视安全问题。实验者应严格要求自己、规范操作,集中精力做实验,采取适当的安全措施,有效地预防着火、爆炸、割伤、烧伤、灼伤、中毒等事故发生,保护人身安全以及实验室安全。

若能掌握一般事故的处理方法,即便不幸发生了事故,也不至于惊慌失措,从而把损失降至最低限度。

一、实验室安全知识

实验室要防火、防爆、防毒、防化学灼伤、防割伤与烫伤。

(一) 防火、防爆

当空气中易燃易爆气体或易燃物的蒸气浓度达到其爆炸极限,室温又在其闪点以上时,一有明火或火星就会立即引发爆炸。常用易燃溶剂蒸气和易燃易爆气体的爆炸极限分别见表 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	闪点/°C	爆炸极限/(%,体积分数)
二硫化碳	46	-30	1.3~50.0
乙醚	35	-45	1.0~36.6
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	79	13	3.3~19.0
异丙醇	82	12	2.0~12.0

表 1-2 易燃易爆气体的爆炸极限

气体	爆炸极限/(%,体积分数)
氢气	4~74
一氧化碳	12.5~74.2
氨	15~27
乙炔	2.5~80

显然,这几种常用溶剂的闪点都在室温以下,其中又以乙醚和二硫化碳最为危险,沸点低,蒸气压高,爆炸极限的下限很低,范围又大,因此使用时需特别小心。

氢气和乙炔的爆炸极限的下限很低,范围又很大,因此使用时需要特别注意,保持室内空气流畅。

着火是有机化学实验室中最常见的事故,为避免引起火灾甚至爆炸,实验者务必注意:

(1) 防火的基本原则是使易燃物尽可能远离火源。易燃、易挥发溶剂与试剂应远离明火,盛放有机溶剂的容器要妥善放置,不得靠近火源。不用敞口容器(如烧杯)盛放易燃、易挥发的溶剂(或试剂)并进行加热。取用有机溶剂时应远离火源、热源,尽量在通风橱中进行,取后应立即把试剂瓶盖封好。

(2) 不可用明火直接加热易燃有机化合物,应加垫石棉网。现在多用电热套加热,更好的是使用水浴或油浴。不论用哪一种热源,都不要将烧瓶紧贴热源底部,避免局部过热。冷却水应保持畅通,否则大量蒸气来不及冷凝而逸出可能会带来危险。注意检查玻璃仪器是否完好,装置的接口处是否漏气。应采取措施防止易燃有机化合物的热蒸气外逸,因有机化合物蒸气的密度都比空气的大,若蒸气泄

漏,会沿桌面或地面飘移至较远处,或积聚在低洼处,遇明火即会引起燃烧或爆炸。

(3) 回流或蒸馏液体时应采取措施(加沸石或搅拌)防止暴沸,避免液体过热暴沸而冲料。若在加热近沸腾后发现未加沸石或磁子或未开动搅拌,应停止加热,待稍冷后再加沸石或开动搅拌,否则在沸腾、近沸腾或过热溶液中加入沸石或突然开动搅拌会导致液体爆发式沸腾(暴沸),液体喷发甚至冲出容器外而带来危险。

(4) 常压蒸馏与回流系统不可密闭,应与大气相通,低沸点蒸馏时,接液管支管应接胶管导入下水槽或室外。蒸馏不可蒸干。

(5) 减压蒸馏时不可用锥形瓶等不耐压的容器,避免内爆。用高压釜进行加压操作时,应注意釜内压力有无超过安全负荷。进行加压操作应有适当的安全防护措施。

(6) 注意回收有机溶剂,不可随意倾倒。切勿将易燃有机溶剂倒入废液缸或下水道。不可随意丢弃原料、试剂或产物、中间体。

(7) 使用易燃易爆气体,特别是乙炔和氢气时,应保持室内空气流畅,严禁使用明火,并防止一切火星的产生,如敲击、电气开关等所产生的火星等。

(8) 某些有机化合物遇氧化剂会发生剧烈反应,如乙醇与硝酸混合会引起剧烈爆炸。不得将易燃有机化合物与强氧化剂如硝酸、氯酸钾、高锰酸钾等放在一起。某些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,须严格按照操作规范储放与使用。过氧化物如过氧化苯甲酰勿与具有还原性的物质接触,若进行有可能产生这些危险有机化合物的实验,操作时应特别小心。某些有机化合物如醚类(常用的是乙醚和四氢呋喃等)、共轭烯烃久置会产生过氧化物,应先还原处理再蒸馏,即使这样仍不可蒸干,否则易发生爆炸。金属钠、氯化铝锂等遇水会剧烈反应而引起燃烧甚至爆炸,使用时应特别注意。

(9) 万一发生着火,应保持沉着冷静,不要惊慌失措。首先应立即熄灭附近所有火源,然后移离附近的易燃物,切断电源,再根据情况作如下处理:

小火 反应瓶内起火,用石棉布或湿布覆盖瓶口即可。少量溶剂着火,可任其烧完。实验台面或地面上的小火也可用石棉布、湿布或灭火砂覆盖熄灭。

火势较大 较大量有机溶剂、油浴等着火,可使用灭火器灭火,注意不能用水灭火。

衣服着火 切勿跑动,用厚外衣或防火毯裹紧使火熄灭,或躺在地上(以免火烧向头部)翻滚,或启用紧急喷淋装置用水灭火。

大火 应拨打火警 119 求救灭火。

有机实验室中应备有石棉布、防火毯(衣服着火可用它裹紧使火熄灭)、灭火砂(用以扑灭金属钠等的着火)、紧急冲淋洗眼器、灭火器等灭火工具。应熟悉灭火器的配置及其使用。

二氧化碳灭火器 有机实验室中最常见的一种灭火器,用以扑灭有机化合物

或电器的着火。灭火器的钢瓶内装有压缩二氧化碳,其分鸭嘴式和阀门式两种:前者使用时先拉出插销,用力把张开的鸭嘴握紧,二氧化碳气体即喷出;后者使用时拉掉插销,将阀门逆时针方向旋转,二氧化碳即喷出。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。因为二氧化碳喷出时压力剧减,温度也随之剧降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。火被扑灭后,即将鸭嘴放松,或将阀门顺时针方向旋紧。

泡沫灭火器 瓶内装有泡沫剂碳酸氢钠和硫酸铝溶液。使用时将钢瓶倒置,两种液体混合反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝和二氧化碳,筒内压力迅速升高,大量二氧化碳泡沫喷出。这种灭火器一经使用,就要将瓶内泡沫剂喷完才能放正。若尚未喷完即回正,瓶内继续反应,压力增大会造成危险。非大火一般不用泡沫灭火器,因后处理较麻烦。表 1-3 是常用灭火器的性能及特点。

表 1-3 常用灭火器的性能及特点

灭火类型	灭火剂成分	适用范围及特点
二氧化碳灭火器	液态二氧化碳	适用于扑灭电器设备、小范围的油类与忌水的化学品着火
泡沫灭火器	硫酸铝和碳酸氢钠	适用于油类着火,但污染严重,后处理麻烦
四氯化碳灭火器	四氯化碳	适用于扑灭电器设备、小范围的汽油、丙酮等着火,不能用于扑灭金属钠、钾着火,因为四氯化碳会剧烈分解甚至爆炸,在高温下还会产生剧毒的光气
干粉灭火器	碳酸氢钠等盐类与适量的润滑剂和防潮剂	用于扑灭油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾
酸碱灭火器	硫酸和碳酸氢钠	适用于扑灭非油类和电器着火的初期火灾

(二) 防中毒

注意实验室通风,化学试剂与溶剂不可入口,外伤应避免接触化学品。

许多有机化合物对人体有不同程度的毒性,在未真正了解某一化合物的性质之前,处理时都应作为有毒物质对待。

在使用有毒化学试剂时应注意:

(1) 妥善保管,不乱放。称量时不要沾污瓶外与实验台。实验后的有毒残渣、残液必须妥善处理,不可乱丢。使用过的器皿应及时清洗。

(2) 切勿让毒品接触伤口或口鼻眼。有些有毒化学品会通过皮肤渗透,因此在使用这类有毒物质时应戴橡胶手套,操作后立即洗手。

(3) 使用有毒物质或做在反应中可能产生有毒或有腐蚀性气体的实验,应尽可能在通风橱中进行,实验者不要把头伸入橱内。

(4) 试剂药品的取用原则:“三不”原则,即“不闻、不摸、不尝”,不要试图闻试剂药品的气味,不能用手触摸试剂药品,不能品尝试剂药品的味道;最少量原则,即严格按照实验规定的用量取用试剂与溶剂等,没有说明用量时,一般按最少量取

用；“三不一要”原则，即剩余试剂、溶剂等药品，既不能放回原瓶，也不能随意丢弃，更不能拿出实验室，要放入指定的容器内。

万一发生中毒事故，应根据情况做如下处理：

皮肤接触 皮肤接触具有内吸性、可渗透皮肤的有毒物质，如苯、苯胺等芳胺、*N,N*-二甲基甲酰胺、二甲亚砜、硝基苯等硝基化合物、含磷有机化合物等，应立即用乙醇擦洗，然后用肥皂和流水冲洗。

毒物溅入口 尚未咽下者应立即吐出毒物，用大量水冲洗口腔。如已吞下，根据不同情况做如下处理：吞下强酸，先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶，不要服用呕吐剂；吞下强碱，先饮大量水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶，也不要服用呕吐剂；吞下刺激物或神经性毒物，先喝牛奶或鸡蛋白使之冲淡缓和，再将硫酸镁(30 g)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，然后立即送医院救治。

吸入气体中毒 将中毒者移至室外，必要时做人工呼吸，并立即拨打急救电话。吸入少量溴、氯、氯化氢、溴化氢气体者，可用碳酸氢钠溶液漱口；情况严重者经急救处理后立即送医院救治。

(三) 防化学灼伤

强酸、强碱和溴等化学药品接触皮肤均可引起灼伤，使用时应格外小心。一旦发生化学灼伤立即用大量水冲洗，再用如下方法处理：

酸灼伤 眼睛用1%碳酸氢钠溶液清洗；皮肤用5%碳酸氢钠溶液清洗。

碱灼伤 眼睛用1%硼酸溶液清洗；皮肤用1%乙酸溶液清洗。

溴灼伤 用乙醇擦洗。

经以上清洗后，再用大量清水冲洗，最后涂上烫伤油膏。

任何试剂一旦溅入眼中(钠除外)，应立即用大量水冲洗，并及时送医院救治。

(四) 防割伤与烫伤

玻璃割伤是有机实验室中常见事故之一。使用玻璃仪器时，不能对其任何部位施加过度的应力。当将玻璃管与塞子装配时，用力处不要远离塞口，尤其是插入温度计时，要特别小心。新切割或折断的玻璃管口异常锋利，烧圆后方可使用。

割伤处理 小心取出伤口中的玻璃碎屑或其他利物，用盐水洗后，敷创可贴。较大伤口则应防止大量出血，用纱布包扎伤口后，急送医院救治。

防止高温烫伤或烧伤。烫伤烧伤可涂抹烫伤油膏。

实验室应备有急救药箱：药棉、棉棒、纱布、绷带、医用镊子与剪刀；消毒酒精、碘酒或碘伏、紫药水等消毒剂；1%乙酸溶液、1%硼酸溶液、1%及5%碳酸氢钠溶液等；凡士林、鞣酸软膏、烧烫伤软膏、云南白药；创可贴。若伤口流血不止或出现感染，应及时就医。小而深的伤口应及时就医，防止破伤风或其他特殊感染。