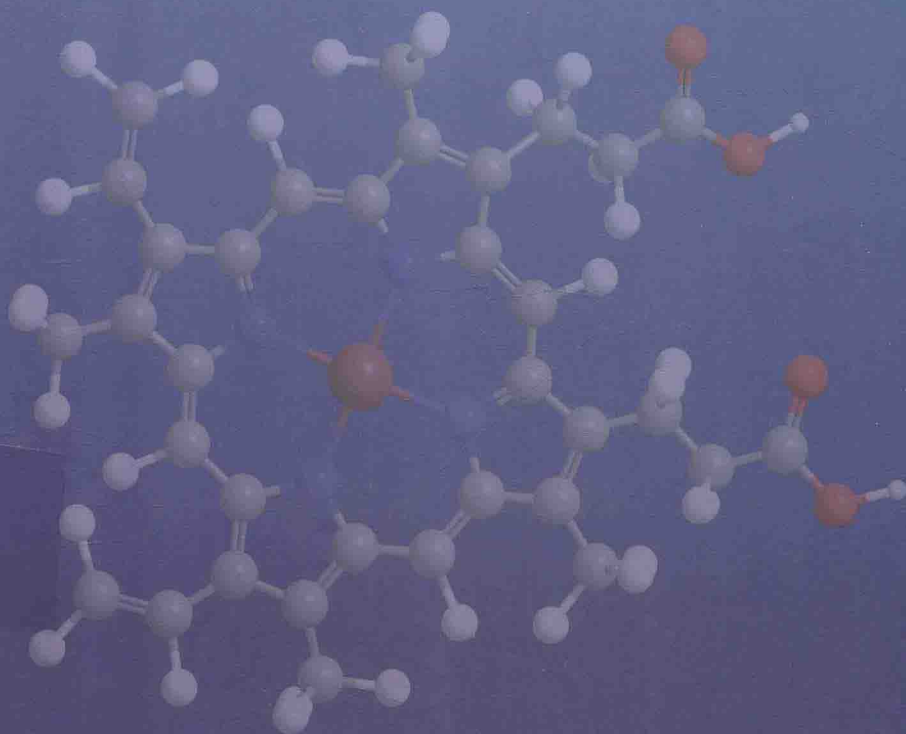


高等学校教材

# 有机化学实验

天津大学有机化学教研室 编  
赵温涛 马 宁 王元欣 张文勤



高等教育出版社

高等学校教材

# 有机化学实验

天津大学有机化学教研室 编  
赵温涛 马 宁 王元欣 张文勤



高等教育出版社·北京

## 内容提要

本书是《有机化学》(第五版,天津大学有机化学教研室编)和国家级精品资源共享课“有机化学”的配套实验教材。本书与《有机化学》(第五版)、《简明有机化学教程》配套使用。

本书注重基本原理、反应机理和基本操作相结合,强调实验技能的全面训练。制备实验一般为小量或半微量实验,大部分实验时间较短,强调绿色化学概念,注重设计和研究性实验。

本书可作为高等学校化学、应用化学、材料化学、药学、化学工程与工艺及材料类相关专业的有机化学实验教材,也可作为实验室常用参考书供其他读者参阅。

## 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 赵温涛等编. --北京:高等教育出版社,2017.3

ISBN 978-7-04-047294-3

I. ①有… II. ①赵… 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(2017)第 008538 号

Youji Huaxue Shiyan

策划编辑 付春江 责任编辑 曹 瑛 封面设计 杨立新 版式设计 杜微言  
插图绘制 杜晓丹 责任校对 窦丽娜 责任印制 耿 轩

出版发行 高等教育出版社  
社 址 北京市西城区德外大街 4 号  
邮政编码 100120  
印 刷 三河市宏图印务有限公司  
开 本 787mm×1092mm 1/16  
印 张 13.5  
字 数 330 千字  
购书热线 010-58581118

咨询电话 400-810-0598  
网 址 <http://www.hep.edu.cn>  
<http://www.hep.com.cn>  
网上订购 <http://www.hepmall.com.cn>  
<http://www.hepmall.com>  
<http://www.hepmall.cn>  
版 次 2017 年 3 月第 1 版  
印 次 2017 年 3 月第 1 次印刷  
定 价 24.30 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换  
版权所有 侵权必究  
物料号 47294-00

# 前 言

本书是《有机化学》(第五版,天津大学有机化学教研室编)和国家级精品资源共享课“有机化学”的配套实验教材。

第一章至第六章较全面地介绍了有机化学实验的基本知识,包括实验室规则、安全知识、文献资源、有机试剂、玻璃仪器、有机反应基本知识、有机化合物的分离与纯化、产品的表征,以及仪器分析等。第七章包括 52 个实验,其中 46 个为制备实验(制备产物大致可分为 10 类,包括 11 个设计实验),3 个为综合与验证性实验,3 个为多步骤合成实验。书后附录包括常用文献检索工具与实验室常用数据等。

本书有如下特点:① 重视基本理论与基本操作,对基本原理和反应机理阐述力求透彻而简洁;② 注重实验技能的训练和提高,实验中包含各项基本实验技能训练;③ 附录中收录实验室常用数据,可供实验过程中参考;④ 仪器分析内容不特定介绍某款仪器,主要讲通用的原理与应用;⑤ 制备实验一般为小量或半微量实验,可节约试剂与实验时间,并降低危险;⑥ 大部分实验的反应时间不超过 1 h,便于实验课时的安排;⑦ 多数制备实验内容互相关联,可按要求灵活组成多个多步骤合成实验;⑧ 强调绿色化学的理念;⑨ 设计实验比例较大,占有实验的 20% 以上,设计实验只给出原料和产物及基准量,要求自行设计并完成实验;⑩ 增加研究型思考题,使学生加深对实验的认识。

本书第一章、第二章由王元欣编写,第三章至第五章及第八章由赵温涛编写,第六章由赵温涛、马宁编写,第七章由张文勤、马宁编写。全书由赵温涛统稿和定稿。

本书是在天津大学有机化学教研室全体人员的共同努力下完成的;南开大学的王佰全教授审阅了书稿,提出了许多宝贵意见;高等教育出版社的付春江、曹瑛编辑对本书的出版给予了大力支持和帮助。本书编者对所有关心和支持本书出版的老师和同志致以衷心的感谢!

限于编者水平,书中难免有错误、不妥和疏漏之处,敬请广大读者批评指正。

编 者

2016 年 6 月于天津大学北洋园

# 目 录

<b>第一章 有机化学实验简介</b> .....	1	3.3.1 磁力搅拌 .....	32
1.1 有机化学实验室的注意事项 .....	1	3.3.2 机械搅拌 .....	32
1.1.1 有机化学实验室规则 .....	1	3.3.3 振荡 .....	33
1.1.2 有机化学实验室的安全知识 .....	2	3.4 试剂的称量与转移 .....	34
1.2 有机化学与文献资源 .....	6	3.4.1 液体试剂的取用 .....	34
1.2.1 有机化学文献简介 .....	6	3.4.2 固体试剂的取用 .....	35
1.2.2 一级资源 .....	6	3.4.3 气体钢瓶、减压阀及使用 .....	36
1.2.3 二级资源 .....	7	3.5 反应温度的控制 .....	39
1.3 实验预习、记录和实验报告 .....	9	3.5.1 加热 .....	39
1.3.1 预习 .....	9	3.5.2 制冷 .....	40
1.3.2 实验记录和实验报告 .....	9	3.6 实验过程中的真空操作 .....	41
1.3.3 实验报告格式 .....	10	3.6.1 真空的产生 .....	41
<b>第二章 试剂与玻璃仪器</b> .....	12	3.6.2 真空的表示、测量与计算 .....	43
2.1 试剂的种类及储存 .....	12	3.6.3 真空下的操作 .....	44
2.1.1 试剂的种类 .....	12	<b>第四章 分离与纯化</b> .....	45
2.1.2 化学品安全技术说明书 .....	12	4.1 固液分离 .....	45
2.1.3 试剂存放的一般原则 .....	14	4.1.1 倾泻法 .....	45
2.1.4 特殊试剂的存放 .....	15	4.1.2 过滤法 .....	45
2.1.5 试剂的纯化与干燥 .....	15	4.1.3 离心分离法 .....	48
2.1.6 三废的处理 .....	15	4.2 萃取 .....	49
2.2 玻璃仪器 .....	16	4.2.1 固体的提取 .....	49
2.2.1 玻璃与标准磨砂接头 .....	16	4.2.2 液体的萃取 .....	49
2.2.2 玻璃仪器的洗涤与干燥 .....	17	4.3 干燥 .....	52
2.2.3 有机实验室常用玻璃仪器 .....	18	4.3.1 干燥及干燥剂 .....	52
2.3 有机实验室及常用设施 .....	26	4.3.2 液体的干燥 .....	53
2.3.1 公用设备 .....	27	4.3.3 固体的干燥 .....	55
2.3.2 个人使用设备 .....	28	4.4 蒸馏 .....	55
<b>第三章 有机反应的进行</b> .....	31	4.4.1 液体沸点与蒸馏 .....	55
3.1 仪器的选择 .....	31	4.4.2 简单蒸馏 .....	60
3.2 仪器的安装与拆卸 .....	31	4.4.3 减压蒸馏 .....	63
3.3 搅拌与振荡 .....	32	4.4.4 分馏 .....	67
		4.4.5 水蒸气蒸馏 .....	71
		4.4.6 共沸蒸馏 .....	73

4.5 重结晶 .....	73	实验二 乙苯 .....	118
4.5.1 溶剂的选择 .....	74	实验三 反-1,2-二苯乙烯 .....	120
4.5.2 重结晶的步骤 .....	76	实验四 内型5-二环[2.2.1]庚烯-2, 3-二酸酐 .....	122
4.6 升华 .....	77	实验五 设计实验 4-甲基环 己烯 .....	124
4.7 色谱分离 .....	78	7.2 卤代烃的制备 .....	124
4.7.1 吸附与洗脱 .....	79	实验六 1-溴丁烷 .....	124
4.7.2 溶液的脱色 .....	79	实验七 叔丁基氯 .....	126
4.7.3 薄层色谱 .....	80	实验八 3-溴环己烯 .....	127
4.7.4 柱色谱 .....	83	实验九 7,7-二氯二环[4.1.0] 庚烷 .....	128
<b>第五章 产品的表征</b> .....	87	实验十 2-甲基-4-溴苯甲醚 .....	131
5.1 熔点的测定方法 .....	87	实验十一 设计实验 由己醇制备 1-溴己烷 .....	132
5.1.1 熔点测定仪器的安装 .....	87	7.3 醇和酚的制备 .....	132
5.1.2 样品的装入 .....	88	实验十二 二苯甲醇 .....	132
5.1.3 熔点的测定 .....	88	实验十三 三苯甲醇 .....	134
5.2 沸程与沸点 .....	89	实验十四 反-1,2-环己二醇 .....	135
5.3 密度 .....	90	实验十五 对叔丁基苯酚 .....	136
5.4 折射率 .....	92	实验十六 间硝基苯酚 .....	138
5.5 旋光度 .....	94	实验十七 设计实验 由二苯甲酮 制备三苯甲醇 .....	139
<b>第六章 仪器分析</b> .....	97	实验十八 设计实验 由苯乙酮制备 $\alpha$ -苯乙醇 .....	140
6.1 气相色谱 .....	97	7.4 醚的制备 .....	140
6.1.1 气相色谱仪 .....	97	实验十九 $\beta$ -萘乙醚 .....	140
6.1.2 色谱常用术语 .....	99	实验二十 2-苯氧基四氢吡喃 .....	141
6.1.3 分析方法 .....	101	实验二十一 1,2-环氧环己烷 .....	143
6.2 高效液相色谱 .....	102	实验二十二 设计实验 由苯酚和 1-溴丁烷制备 苯丁醚 .....	145
6.3 核磁共振波谱 .....	104	7.5 醛和酮的制备 .....	145
6.3.1 基本原理 .....	104	实验二十三 环己酮 .....	145
6.3.2 仪器与测试 .....	107	实验二十四 对甲基苯乙酮 .....	146
6.3.3 谱图解析 .....	109	实验二十五 4-苯基-2-丁酮及其亚 硫酸钠加成物的制备 .....	148
6.3.4 $^{13}\text{C}$ 核磁共振谱简介 .....	110	实验二十六 设计实验 由二苯甲醇 制备二苯甲酮 .....	149
6.4 红外光谱 .....	111		
6.4.1 基本原理 .....	111		
6.4.2 仪器及测试 .....	113		
6.4.3 红外光谱图的解析 .....	115		
<b>第七章 有机化合物的制备实验</b> .....	117		
7.1 烃的制备 .....	117		
实验一 环己烯 .....	117		

实验二十七 设计实验 由氯苯制备 对氯苯乙酮·····	149	实验四十五 8-羟基喹啉·····	174
7.6 羧酸及其衍生物·····	150	实验四十六 香豆素-3-甲酸·····	176
实验二十八 苯甲酸·····	150	7.11 综合与验证性实验·····	178
实验二十九 乙酸乙酯·····	151	实验四十七 三苯甲基正离子和 自由基·····	178
实验三十 乙酰水杨酸·····	153	实验四十八 固体超强酸与乙酸 丁酯的制备·····	180
实验三十一 乙酰苯胺·····	156	实验四十九 番茄酱中天然色素的 提取及薄层色谱分析···	181
实验三十二 设计实验 由对叔丁基 甲苯制备对叔丁基苯 甲酸·····	157	7.12 多步骤合成实验·····	183
实验三十三 设计实验 由苯甲酸和 乙醇制备苯甲酸乙酯···	157	实验五十 乙酰二茂铁的制备·····	183
7.7 硝基化合物、胺、偶氮化合物的 制备·····	158	实验五十一 手性 Salen 配体的 制备·····	185
实验三十四 苯胺·····	158	实验五十二 2,6-二甲基-4-苄基- 3,5-二乙氧羰基吡啶的 制备·····	188
实验三十五 1-氨基-2-萘酚 盐酸盐·····	159	附录·····	194
实验三十六 设计实验 由对硝基 甲苯制备对甲苯胺·····	162	附录1 文献检索·····	194
7.8 缩合与重排反应·····	162	附录2 常见试剂的纯化与处理·····	196
实验三十七 查耳酮·····	162	附录3 <sup>1</sup> H NMR 中常见的溶剂残留···	199
实验三十八 肉桂酸·····	163	附录4 溶剂互溶性·····	200
实验三十九 乙酰乙酸乙酯·····	165	附录5 压力-温度算图·····	201
实验四十 己内酰胺·····	167	附录6 TLC 显色剂配方·····	201
实验四十一 设计实验 3-苯基-1- (4-甲基苯基)-2-丙烯- 1-酮·····	168	附录7 水的饱和蒸气压·····	202
7.9 含硫化合物·····	168	附录8 常用干燥剂的饱和蒸气压·····	203
实验四十二 对甲基苯磺酸钠·····	168	附录9 常用无机物在有机溶剂中的 溶解度·····	203
实验四十三 对氨基苯磺酰胺·····	170	附录10 一些无机物水溶液的相对 密度·····	205
7.10 杂环化合物·····	173	附录11 无机盐在水中的溶解度·····	206
实验四十四 呋喃甲醇与呋喃甲酸···	173		

# 第一章 有机化学实验简介

有机化学是一门以实验为基础的学科,它的理论源于实验,并接受实验的检验,进而得到发展和逐步完善。有机化学实验是有机化学学科体系的重要组成部分,在学习有机化学的同时,必须认真做好有机化学实验。有机化学实验教学的任务是使学生正确地掌握有机化学实验的基本操作技术;初步学会查阅文献的能力;培养学生制备、分离、检验和鉴定有机化合物的能力;培养学生撰写科学规范的实验报告;培养学生实事求是和认真严谨的科学态度及良好的实验习惯。

## 1.1 有机化学实验室的注意事项

### 1.1.1 有机化学实验室规则

有机化学实验教学的主要目的是训练学生从事有机化学实验的基本技能,将课堂上所学的理论知识与实际相结合。有时,一次小小的不规范操作,就会使学生与科学的正确结果失之交臂。因此,为保证实验安全、规范、科学地进行,学生从第一次走进有机化学实验室时起,就必须严格遵守有机化学实验室规则。

- ① 按照规定的时间,到指定的实验室上课,不得无故迟到、早退。
- ② 进入实验室前,要认真预习,明确实验的目的、原理、方法和步骤。
- ③ 实验前,要检查所用的仪器设备、药品、器具的名称、规格及状态是否符合实验要求。若有不符,应及时向指导教师报告。实验中,不得使用与本实验无关或其他组的器材。
- ④ 严格遵守实验室的规章制度,服从指导教师和实验技术人员的指导,保证良好的实验秩序;保持安静、整洁的实验环境;不准串组,不准任意出入实验室;不得将实验物品私自带出实验室;不准喧哗和打闹,严禁吸烟,不随地吐痰和乱抛纸屑等杂物。
- ⑤ 注意安全,遵守“实验室的安全守则”及有关的操作规程,凡涉及剧毒、易燃、易爆、腐蚀性、放射性、强光源、高压气体等危险物品的实验,必须在教师指导下严格按操作规程进行操作。
- ⑥ 如发生事故,应保持冷静,迅速采取措施,切断电源,防止事故扩大,并及时向指导教师报告。
- ⑦ 提倡独立思考、科学操作、细致观察、如实记录,自觉培养严谨求实的科学作风和积极探索、勇于创新的科学品质。
- ⑧ 爱护仪器设备,节约用水、用电和实验材料。实验结束后,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、药品和器材,保持实验室卫生,离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。
- ⑨ 实验数据记录必须经指导教师检查、签字,实验结束并完成仪器整理和清洁工作后,经教师检查实验仪器完好、实验数据可靠后,方可离开实验室。
- ⑩ 认真撰写实验报告,包括实验目的、原理、步骤、现象、原始数据及各种图表处理、实验结



果讨论等。凡不符合要求的实验报告应重新撰写。

⑩ 学生因某项实验不合格需重做者,或未按规定时间做实验而要补做者,必须经指导教师批准后才能重做或补做。

### 1.1.2 有机化学实验室的安全知识

有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性的,所用的仪器大部分是玻璃制品。在有机化学实验过程中,应严格遵守实验规程,正确操作,否则就容易引发事故,如割伤、烧伤、起火、中毒或爆炸等。

实验室工作者应充分意识到潜在的危险性,主动接受培训,提高警惕;实验时应严格遵守操作规程,加强安全措施,避免可能发生的事故。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. 实验室的安全守则

- ① 设计合理的实验步骤,尽量选择反应条件温和的合成路线。
- ② 检查实验仪器完好无损,正确安装实验装置。确认无误后,方可开始实验。
- ③ 实验过程中,不得离开岗位,仔细观察、记录实验现象,注意防范意外情况。
- ④ 对所进行实验的危险性要有充分的认识,事先要采取必要的安全防范措施,必须穿戴实验服,必要情况下需佩戴防护镜等防护用具。
- ⑤ 使用易燃、易爆药品时,应远离火源;实验试剂不得入口;严禁在实验室内吸烟、饮水或进食;实验结束后要仔细洗手。
- ⑥ 熟悉安全用具,如灭火器、沙箱及急救药箱的放置地点和正确使用方法。安全用具和急救药品通常放置在取用方便的位置,且不得移作他用。

#### 2. 实验室事故的预防

##### (1) 个人防护

在有机化学实验室中,应加强个人防护。在一般实验操作中,建议穿长袖棉质或棉质/聚酯的实验服。实验服材质不要选用合成纤维织物,许多合成纤维织物的防渗透性较差,液体可完全透过而极少量被吸收或不被吸收,且在火灾中易熔化并烧伤人体。另外,尼龙制品在热或酸环境下还容易被破坏。

实验室中,对眼部的损害主要来自液体的喷溅或刺激。如有此类风险,应佩戴专业眼护具(见图 1-1),如封闭式眼罩或护目镜。同时对脸部皮肤等有损伤风险时,应使用面罩等面部防护装备。



图 1-1 眼护具

注意:在任何情况下,佩戴隐形眼镜或其他的光学眼镜都不能代替眼护具。

在试剂危害性较大的情况下,还应佩戴手套进行防护。手套可以是塑料手套、乳胶手套和橡胶手套等,具体使用类型应与化学品渗透能力和风险种类相关。特定的情况下,可能还需要安全鞋、安全帽等,应根据特定情况的要求确定。

### (2) 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大部分是易燃的,因此,起火是有机化学实验中常见的事故。防火的基本原则如下:

① 在操作易燃的有机溶剂时,实验装置应远离火源;勿将易燃液体化合物放在敞开的容器中加热。实验室常见的易燃溶剂有低沸点的烃、醇、醚、酮及酯类等,特别是乙醚、二硫化碳。

② 实验装置应确保所有接头紧密且无应力,不能泄露;如发现漏气时,应立即停止加热等操作,检查原因。蒸馏装置的尾气出口应远离火源,最好用橡胶管引至通风橱或室外。

③ 进行有压力升高可能的实验时,应使用高压釜或封管等进行实验,不能使用密闭的玻璃实验装置。

④ 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:

(a) 放置数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管,以防止暴沸;

(b) 严禁直接明火加热;

(c) 瓶内液体体积不能超过容器容积的  $2/3$  或低于容器容积的  $1/3$ ;

(d) 加热速度要适中,且应避免局部过热。

⑤ 使用油浴时,应防止外部液体的溅入,特别是水或水溶液,以防迸溅及起火。

⑥ 当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱中或通风良好处进行,同时远离火源。

⑦ 不得随意丢弃燃烧或者带有火星的火柴梗、纸条等,也不得丢入废液缸中。

### (3) 爆炸的预防

在有机化学实验里预防爆炸的一般措施如下:

① 常压蒸馏装置必须正确安装,应使装置与大气相连通,不得造成密闭体系;减压蒸馏时,应选用圆底烧瓶作为反应瓶或接收瓶,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为反应瓶或接收瓶。蒸馏操作过程中不能将液体蒸干,以免局部过热或过氧化物高度浓缩而引起爆炸。

② 操作易燃易爆气体时应远离火源,多数有机试剂的蒸气与空气相混合时有燃爆风险,应避免明火和电火花。

③ 使用乙醚等醚类时,必须检查是否存在过氧化物。如有过氧化物存在时,可用硫酸亚铁等除去过氧化物后,方能使用。除去乙醚中过氧化物的方法详见附录 2。使用乙醚时,应在通风较好处或在通风橱内进行操作。

④ 操作易爆炸的固体时,如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐和三硝基甲苯等,应避免重压或撞击,以免引起爆炸;对于这类物质的残渣,在废弃前应进行相应的处理。例如,重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解,重氮化合物类物质可在大量水中缓慢加热使其分解。

⑤ 使用金属钠时,应避免与卤代烃接触,否则可能因反应剧烈有爆炸风险。因此金属钠不

能用于卤代烃类试剂的干燥处理。剩余的钠屑必须收集并使用乙醇处理。

⑥ 遇到有爆炸危险操作时,应在通风橱内进行,并将通风橱柜门拉下,只留5~10 cm空隙;或将钢化玻璃防护罩(见图1-2)置于装置前进行保护,从侧面进行操作。

#### (4) 中毒的预防

大多数化学药品都具有一定的毒性,试剂的毒害可以通过接触、吸入等形式产生。在实验过程中,应采取相应措施预防中毒:

① 实验前应阅读相关化学品安全技术说明书,了解所用试剂的毒性、性能和防护措施。

② 避免直接接触试剂,应使用相关工具操作。实验后,应及时洗手。

③ 剧毒药品的使用要严格遵从相关法规、规定及操作规范。操作时必须戴橡胶手套,切勿接触皮肤,尤其是伤口。实验后的有毒残余物、废液必须作妥善有效的处理,不准胡乱丢弃。

④ 实验过程中可能生成有毒或腐蚀性气体的实验,应在通风橱内进行,并且在实验装置出口处加装尾气吸收装置。使用后的器皿应及时处置及清洗。使用通风橱时,不要把头部伸入通风橱内。

#### (5) 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;为预防触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验结束后应先关闭仪器,再将连接电源的插头拔下。

### 3. 事故的处理和急救

#### (1) 火灾的处理

实验室一旦失火,在火势较小时,应立即使用实验室内消防器具灭火;火势较大且可控时,室内全体人员(人员较多时,应该安排大部分人员有序撤出现场)应积极而有秩序地参加灭火,一般采取如下措施:一方面防止火势扩展,立即关闭煤气灯,熄灭其他火源,切断室内总电闸,搬开易燃物质,同时进行灭火;当火势不可控时,室内人员应立即有序撤离并拨打火警报警电话119。

有机化学实验室灭火,常采用隔绝空气的办法,通常不使用水灭火,否则,可能会引起火势蔓延及更大灾害。在失火初期,可使用灭火器、沙、毛毡等灭火;若火势小,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来;如果油类着火,要用沙或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末;电器着火时,首先应先切断电源,然后再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能用水和泡沫灭火器扑救电器火灾;如遇衣服着火,切勿慌张、奔跑,而应立即在地上打滚,或用毛毡一类盖在身上,使之隔绝空气而灭火。

总之,当失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的灭火方法。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。

#### (2) 玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故,被割伤后要仔细观察伤口情况并清洗创面、消毒。若伤势不重,可进行简单的急救处理,如贴创可贴、涂敷云南白药并用医用纱布包扎;若伤势严重、流血不止,可

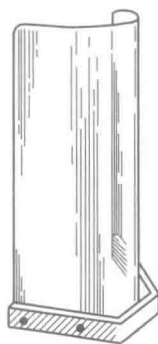


图1-2 钢化玻璃防护罩

在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧,压迫止血,并随即到医院就诊。

### (3) 药品的灼伤

皮肤接触了腐蚀性物质后可能被灼伤,可佩戴橡胶手套和防护眼镜作预防。一旦发生灼伤,应按下列情况处置。

① 酸灼伤。皮肤上:立即用大量水冲洗,再用 5% 碳酸氢钠溶液冲洗。洗净后,涂上油膏并包扎。如酸溅在衣服上,迅速脱掉衣服,冲洗皮肤;并依次用水、稀氨水和水冲洗衣服。

眼睛上:抹去溅在眼睛外面的酸,立即用洗眼器冲洗,同时伴随眨眼,再用稀碳酸氢钠溶液洗涤伤处,最后滴入少许医用香油。

② 碱灼伤。皮肤上:先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或 1% 醋酸溶液洗,再涂上油膏,并包扎好。如碱溅在衣服上,迅速脱掉衣服,用大量水冲洗皮肤;衣服随后也要用大量水冲洗。

眼睛上:抹去溅在眼睛外面的碱液,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液淋洗,再滴入医用香油。

③ 溴灼伤。皮肤接触溴时,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤油膏,并包扎伤处。眼睛受到溴的蒸气刺激时,将盛有酒精的容器去塞,将眼部置于瓶口处并注视片刻。

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

### (4) 烫伤

在有机化学实验中,烫伤时有发生。对轻微的烫伤,通常将烫伤部位在冷水中浸 10 ~ 15 min,涂以玉树油或鞣酸油膏;烫伤严重者涂以烫伤油膏后立即送医院诊治。

### (5) 中毒

溅入口中而尚未吞咽的有毒物质应立即吐出,并用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据有毒物质的毒性服相应的解毒剂,立即送医院急救。

① 对于强酸性腐蚀性毒物,应饮用大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋清;对于强碱性腐蚀性毒物,先饮大量的水,然后服用食醋、酸果汁、鸡蛋清。不论酸或碱中毒都需饮用大量牛奶,不要吃呕吐剂。

② 刺激性及神经性中毒先服用牛奶或鸡蛋清使之缓和,或用手指伸入喉部催吐后,并立即到医院就诊。

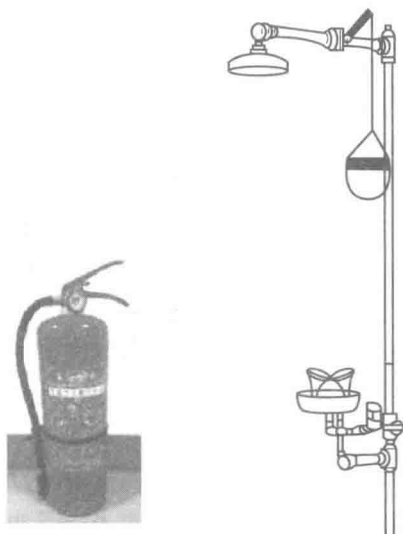
③ 气体中毒,将中毒者移至室外或通风良好处,解开衣领及纽扣,呼吸新鲜空气;吸入大量氯气或溴蒸气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

### (6) 急救用具

在实验室内应备有消防器材和急救药箱,且应置于明显且易得的位置。学生在进行实验前应熟悉急救用具的存放位置及使用方法。实验室内的消防器材和急救药箱如下:

① 消防器材:泡沫灭火器、干粉灭火器、二氧化碳灭火器[见图 1-3(a)]、沙、石棉布和毛毡。

② 喷淋装置一般位于走廊等公共位置;喷淋装置一般配有洗眼器。在配置较好的实验室中,通常配备单独的洗眼器。



(a) 二氧化碳灭火器

(b) 喷淋装置与洗眼器

图 1-3 消防器材、喷淋装置与洗眼器

③ 急救药箱:碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、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、镊子和橡胶管等。

## 1.2 有机化学与文献资源

### 1.2.1 有机化学文献简介

有机化学文献可以分为两大类:一级资源和二级资源。一级资源发表实验室研究的原始成果,如期刊、专利、学位论文和会议文集等;图书、索引及收集整理一级资源的其他出版物,称为二级资源。其中,化学文摘(Cheical Abstracts)和 Beilstein 手册是有机化学最常用的二级文献资源,检索相对容易。

### 1.2.2 一级资源

一级资源包括发表原始化学论文的刊物、专利等。

#### 1. 化学类综合性重要期刊

① Science(1883—今):美国科学进步联合会(AAAS)的官方杂志,涉及科学相关的所有领域,也发表关于化学领域的重要成果。

② Nature(1869—今):与美国 Science 杂志相似的英国杂志,刊登科学前沿发现,内容涵盖科学各相关领域,其中也包括化学领域。其子期刊 Nature Chemistry 发表化学研究成果。

③ Angewandte Chemie, International Edition in English (Angew. Chem. Int. Ed.):(1962—今):由德国化学会主办,发表化学各专业领域研究论文和研究进展。

④ Journal of the American Chemical Society(J. Am. Chem. Soc.)(1879—今):美国化学会主办,发表关于化学领域的通讯及论文。

⑤ Chemical Communications [Chem. Commun. (Cambridge, UK)](1965—今):英国皇家化学会期刊,刊登化学领域的论文。

⑥ Green Chemistry(1999—今):由英国皇家化学会主办,是直接面向绿色化学领域的著名杂志,报道学术界、工业界及政府部门等有关绿色化学研究的最新进展。

#### 2. 有机化学相关的重要期刊

① Journal of Organic Chemistry (J. Org. Chem.)(1936—今):美国化学会下属期刊,发表有机化学领域的文章、通讯等。

② Organic Letters(Org. Lett.)(1999—今):美国化学会下属期刊,刊登有机化学领域的通讯文章。

③ Tetrahedron(Tetrahedron)(1957—今):国际性期刊,发表有机化学及生物化学领域的文章及综述等。

④ Tetrahedron Letters [Tetrahedron Lett.](1959—今):国际性期刊,发表有机化学及生物化学领域内的通讯文章。

### 3. 专利

由于互联网的发展,专利一般可从各专利组织的网站免费下载。

① 中国国家知识产权局, <http://www.sipo.gov.cn/>, 中国专利公布公告网址为 <http://epub.sipo.gov.cn/>。

② 欧洲专利局(European Patent Office, EPO), <http://www.epo.org/>, 其专利检索网址为 <http://worldwide.espacenet.com/>。提供包括欧洲专利、世界专利、各欧盟国家专利及其他地区与组织的专利,如美国、日本和韩国等国专利。

③ 美国专利商标局(United States Patent and Trademark Office), <http://www.uspto.gov/>, 专利检索界面: <http://patft.uspto.gov/>。

除专利组织的网站外,谷歌也免费提供美国专利等专利的检索及原文下载服务。Science Citation Index 数据库中的 Dewernt 专利数据库(1973—今)提供有偿服务。

### 1.2.3 二级资源

期刊文章和专利包含了绝大多数的原始工作,数目巨大,如果没有索引、摘要、综述和其他二级资源,这些文献将无法充分利用,而化学文摘等各种二级资源的出现,使检索变得容易进行。

#### 1. 标题列举

原始论文数目巨大,专题较多,标题列举是简单二级资源。这种二级资源模式目前已经不再使用印刷版形式,大多数刊物都可以在线获得,各杂志社通常提供期刊列表并提供作者、主题、引用等检索方式。许多刊物都以 HTML 和 PDF 形式提供原文和补充材料。文献的 PDF 格式文件可以付费下载。

此外,互联网搜索引擎提供专门的学术搜索功能,特别是谷歌学术([scholar.google.com](http://scholar.google.com))的搜索结果准确度较高。

从一定意义上来说,标题列举是有实用价值的。但是除了标题隐含的内容外,并不涉及论文内的具体内容。更加准确的检索需要使用专门的二级文献检索工具。

#### 2. 化学文摘(Cheical Abstracts, CA)

CA 由美国化学会化学文摘社(CAS of ACS, Chemical Abstracts Service of American Chemical Society)编辑出版,创刊于 1907 年。CA 报道的内容几乎涵盖了化学的所有领域,其中除包括无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、高分子化学外,还包括冶金学、地球化学、药理学、毒理学、环境化学、生物学及物理学等诸多学科领域。CA 内容来源于大约 9 500 种学术刊物,包括图书、会议论文、学位论文及化学相关专利。目前文摘分 80 个部分,其中 21~34 部分为有机化学相关部分。其特点是具有世界上最大、最完善的索引,使得 CA 使用便捷,成为化学家不可或缺的首选检索工具。

CA 的刊行有纸质版、光盘版及网络版,目前使用较多的是网络版,SciFinder 是 CA 数据库的客户端程序。SciFinder 提供用户友好的图形界面,提供作者、化学结构、子结构等各种检索方式。检索的结果可进一步优化、分析并显示。同时,SciFinder 提供许多原始文献的数据链接。目前许多学校、学术机构及企业均已购买该服务。关于 CA 检索的更多内容可参见附录 1.1 中的说明。

### 3. 贝尔斯坦(Beilstein)及盖墨林(Gmelin)

Beilstein 是 Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie 的简称。该手册正编及第一、二、三、四补编均用德文编写,收录文献至 1959 年。第五补编改用英文编写,但只出版了杂环化合物部分,收录文献范围为 1960—1979 年。此书是有机化合物重要的工具书,共出版 566 册。在 Beilstein 手册中,提供了每个化合物所有的命名、分子式、结构式、所有制备方法、物理常数(如熔点、折射率等),还有其他物理性质、化学性质。手册中的数据经过了严格的评估,所有的信息都经过认真研究和记录,剔除重复和错误的结果。

Gmelin 是 Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie 的简称,现在是指第八版。英文书名为 Gmelin Handbook of Inorganic Chemistry。由于编写了有机金属化合物专辑,故 1990 年将书名改为 Gmelin Handbook of Inorganic and Organometallic Chemistry。已为铁、锡等 21 种金属编写了有机金属化合物专辑。

从 2010 年起,Beilstein 和 Gmelin 的内容可通过 Reaxys 在线获取,但需要付费使用。国内一般高校与研究机构均有购买,可经 <http://cn-www.reaxys.com> 进入检索。对于有机化学工作者,Beilstein 数据库是最好的数据库之一。它包含大约 940 万种确定结构的化合物的信息,以及 980 万个化学反应。提供化合物结构、制备、分离、纯化、物理常数等相关数据及原始文献。

### 4. Science Citation Index (SCI)

Science Citation Index 是 Thomson-Reuters 公司的产品,收录每篇科技文章的引用及被引用的情况。SCI 数据库是面向主题进行检索方式的一种有力补充。通过 SCI,可以进行文献的追踪性检索。例如,通过文献发现反应或方法的一个较新的应用,可以通过 SCI 检索到后续研究对该文献的引用情况。

除前述内容外,Chemical Reviews [Chem. Rev.(WashingtonDC, U.S.)(1924—今)]也发表化学领域内前沿进展的综述性文章,它由美国化学会主办。

### 5. 常用手册

除了 Beilstein 和 CA 外,针对有机化学特定的相关内容,有些图书与手册对数据进行收集整理。这些书非常有用,可节省大量检索时间。

#### (1) 化合物手册与辞典

① CRC Handbook of Chemistry and Physics: CRC 手册(每年一版)是目前已知最好的单卷版手册,它涵盖了物理学及化学各领域的基础数据。对有机化学有用的信息被编列在“Physical Constants of Organic Compounds”栏目下,给出了约 11 000 种化合物的分子式、结构、相对分子质量、密度、折射率、溶解度、颜色、熔点及沸点的数据。

② Lange's Handbook of Chemistry, 16th ed; 与 CRC 手册涵盖范围及排列相似,它包括了 4 300 种有机化合物的物理性质。

③ Aldrich Handbook of Fine Chemicals; 每年一版,该手册是 Aldrich 公司的产品目录。它给出了约 35 000 种试剂的 CAS 登录号、分子式、分子结构及基础的物理常数等。同时,该手册还提供与 Merck Index 及 Aldrich 公司光谱数据的交叉索引。目前,这些数据可通过 Sigma-Aldrich 公司的网站 [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com) 获得。

④ 溶剂手册第五版,程能林编著:该手册除能提供有机溶剂的物理常数外,还给出了饱和蒸

气压、共沸点等其他相关数据。

### (2) 有机反应机理

① Carey F A, Sundberg R J. *Advanced Organic Chemistry, Part A: Structure and Mechanisms; Part B: Reactions and Synthesis*. 5th ed. New York: Springer, 2007。关于有机反应及应用非常优秀的概述。

② Smith M B, March J. *March's Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanism, and Structure*. 6th ed. New York: Wiley-Interscience, 2007。经典的教材,且包含非常丰富的原始文献。该书现已有中译本。

### (3) 实验基本技术与方法

① Vogel A I, Tatchell A R, Furniss B S, et al. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*. 5th ed. New York: Pearson, 1996。该书对有机化学实验的各种基本操作有详细的说明,是基础的有机化学及实验教程;在实验部分,对每类实验均有多个反应实例,便于使用者比较与体会。该书的影印版于2004年分两卷出版,中文名称为《沃氏实用有机化学教程》。

② Armarego W L F. *Purification of Laboratory Chemicals*. 7th ed. Amsterdam: Butterworth-Heinemann, 2012。内容涉及实验室中试剂及溶剂的纯化过程。该书包括纯化方法、某类化合物的一般纯化方法及重要化合物的具体纯化方法。

## 1.3 实验预习、记录和实验报告

### 1.3.1 预习

实验预习是化学实验的重要环节。为了使实验能够达到预期的效果,在实验之前必须做好充分的预习和准备。预习除了反复阅读实验内容,领会实验目的与原理,了解实验步骤和注意事项外,还需在实验记录本上写好预习报告。预习报告包括以下内容:

- ① 实验目的和要求。
- ② 主反应和主要副反应的反应式。
- ③ 原料、产物、副产物和试剂的物理常数(查手册或文献等);原料用量(单位:g, mL, mol)和规格;计算理论产量。
- ④ 正确而清楚地画出装置图。
- ⑤ 写出简单实验步骤(不是照抄教材实验内容)
- ⑥ 列出粗产品纯化过程及原理,明确各步操作的目的和要求。
- ⑦ 列出实验的关键环节和相应的实验操作注意事项。

### 1.3.2 实验记录和实验报告

#### 1. 实验记录

实验记录本应使用专用的带页码的装订本。实验中,学生应仔细观察,如实记录原料用量、实验操作步骤、反应体系温度和颜色的变化、物态变化(如结晶和沉淀的产生或消失、气体



的产生或吸收)、主产物和副产物的产率、各种测定值的原始数据等。实验结束后,将实验记录本交指导教师签字,可参照 1.3.3 给出的格式进行记录。记录主要和关键的实验操作和实验现象:试剂的规格和用量,仪器的名称和规格,实验日期,实验起止时间,实验现象和数据等。

应如实详尽地记录所观察的现象,不可弄虚作假;记录必须完整、清晰,且应保证自己与他人均能理解,并可按记录重复实验。

## 2. 实验报告

实验报告是整个实验的一个重要组成部分,是对实验的总结,是分析问题和知识理性化的必要步骤,这有利于培养学生撰写科学论文的能力。这部分工作在课后完成。内容包括:

- ① 对实验现象逐一做出正确的解释。能用反应式表示的尽量用反应式表示。
- ② 记录所得产品的外观、物态及质量/体积等信息,计算产率。

有机合成中的理论产量计算:在有机反应中,完全转化所能得到的目标产物的最大量称为理论产量。在计算理论产量时,应注意:有多种原料参加反应时,应以物质的量最小的原料量为基准(不能用催化剂或引发剂的量来计算);有异构体存在时,以异构体理论产量之和进行计算。

有机合成反应极少得到理论产量。可能的原因有多种,如反应不完全,或是副反应的存在降低了产物的产量,或是产物在分离和提纯的过程中存在损耗,等等。

产率计算公式如下:

$$\text{产率} = (\text{实际产量} / \text{理论产量}) \times 100\%$$

③ 填写物理常数的测试结果。分别填上产物的文献值和实测值,并注明测试条件,如温度、压力等。

④ 对实验进行讨论与总结:对实验结果和产品进行分析,完成书后思考题;分析实验中出现的问题和解决的办法,写出做实验的体会;对实验提出建设性的建议。通过讨论总结来提高和巩固实验中所学到的理论知识和实验技术。

⑤ 实验报告要求条理清楚、文字简练、图表清晰、准确。一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验理解的深度、综合解决问题的能力及文字表达的能力。

### 1.3.3 实验报告格式

实验报告的格式如下:

实验名称 姓名    班级    学号 同组者姓名    日期    成绩
一、实验目的 二、实验原理 三、主要试剂及产物的物理常数 试剂:    物理常数: