

高等学校“十二五”规划教材

微型有机化学实验

黄智敏 邢秋菊 李婷婷 编

WEIXING YOUJI
HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

高等学校“十二五”规划教材

微型有机化学实验

黄智敏 邢秋菊 李婷婷 编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书包括：有机化学实验基础知识介绍、基本操作技能训练、23 个典型有机化合物的制备或提取分离及 1 个综合性实验、7 个设计性实验。实验方法以常规合成为主，辅以微波合成和超声波合成。书后附录中常用有机试剂的纯化和有机官能团的定性鉴定可供相关化学工作者参考和查阅。

本书既可作为高等工科院校的化学、应用化学、材料化学、高分子、化工、材料、环境、生物、食品、制药类等专业的教材，也可作为其他相关专业的教学用书或参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

微型有机化学实验/黄智敏, 邢秋菊, 李婷婷编. 北京:
化学工业出版社, 2013. 7
高等学校“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-17555-7

I. ①微… II. ①黄… ②邢… ③李… 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 (2013) 第 120462 号

责任编辑：宋林青
责任校对：战河红

文字编辑：糜家铃
装帧设计：史利平

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）
印 刷：北京市振南印刷有限责任公司
装 订：三河市宇新装订厂
710mm×1000mm 1/16 印张 9¼ 字数 183 千字 2013 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686） 售后服务：010-64518899

网 址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定 价：20.00 元

版权所有 违者必究

前 言

有机化学是高等院校化学、化工及材料类专业的一门必修专业基础课。有机化学实验是有机化学的重要组成部分，它既是对有机化学反应的实践，又是一个相对独立、完整的体系。

本书的内容主要包括：有机化学实验基础知识介绍、基本操作技能训练、典型有机化合物的制备和一些综合性、设计性实验。在内容的选排上尽量体现信息化、绿色化、系统化、规范化和现代化的特点，重点加强有机化学实验基本操作技能训练，初步了解综合性、设计性实验的要求，为最后进入综合性、设计性实验奠定基础。

微型有机化学实验是 20 世纪 80 年代在国际上崛起、近年来在我国也得到了迅速发展的一种新颖的实验方法和实验技术。与常量有机化学实验相比，它具有药品用量少、实验精度高、环境污染小、可降低药品费用及加强实验室安全等优点，是现代实验教学和研究的方 向。本书除了采用微型有机化学实验外，还对微波合成和超声波合成进行一些探索。

本书是在我校多年使用的微型有机化学实验讲义的基础上编写的，第 1 章和附录由邢秋菊编写，第 2 章由李婷婷编写，第 3、4 章由黄智敏编写，全书由黄智敏和邢秋菊统稿，最后由黄智敏定稿。感谢在我校最早进行微型有机化学实验改革探索的饶厚曾老师、唐星华老师，感谢使用过本讲义的舒红英老师、许才利老师对本书编写提出的宝贵意见，感谢使用过本讲义的同学们对微型有机化学实验探索的支持。感谢对本书出版提供大力支持和帮助的化学工业出版社的编辑。

由于编者的水平有限，疏漏和不妥之处在所难免，衷心希望各位专家和使用本书的师生给予批评指正，在此我们致以最诚挚的谢意！

编者

2013 年 5 月于南昌航空大学

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般

知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室的安全知识	2
1.2.1 防火	3
1.2.2 防爆	5
1.2.3 防中毒和化学灼伤	5
1.2.4 防割伤	8
1.2.5 用电安全	8
1.3 有机化学实验预习、记录和实验 报告	8
1.3.1 实验预习	9
1.3.2 实验记录	9
1.3.3 实验报告	9
1.4 有机化学实验常用仪器和设备	13
1.4.1 玻璃仪器	13
1.4.2 金属用具	14
1.4.3 电动仪器及小型机电设备	15
1.4.4 其他仪器设备	16
1.4.5 有机实验常用装置	19
1.4.6 仪器的选择	22
1.4.7 仪器的装配与拆卸	22

第 2 章 有机化学实验基本技能和

基本操作	23
2.1 化学文献检索简介	23
2.1.1 工具书和参考书	23
2.1.2 期刊杂志	25
2.1.3 化学文摘	26
2.1.4 网上资源	28
2.2 有机化合物熔点测定及温度 校正	29
2.2.1 基本原理	29
2.2.2 测定熔点的方法	30
2.3 有机化合物沸点测定	32

2.3.1 基本原理	32
2.3.2 沸点的测定	33
2.4 加热方法	34
2.5 冷却方法	35
2.6 干燥方法	36
2.6.1 基本原理	36
2.6.2 液体有机化合物的干燥	37
2.6.3 固体有机化合物的干燥	39
2.6.4 气体的干燥	39
2.7 常压蒸馏	40
2.7.1 蒸馏原理	40
2.7.2 蒸馏过程	40
2.7.3 蒸馏装置	41
2.7.4 简单蒸馏操作	41
2.8 简单分馏	43
2.8.1 分馏原理	43
2.8.2 分馏装置图	44
2.8.3 分馏基本操作	44
2.9 减压蒸馏	46
2.9.1 基本原理	46
2.9.2 减压蒸馏装置	47
2.10 共沸蒸馏	50
2.10.1 基本原理	50
2.10.2 共沸蒸馏装置	50
2.10.3 共沸基本操作	50
2.11 水蒸气蒸馏	51
2.11.1 基本原理	51
2.11.2 馏出液组成的计算	51
2.11.3 水蒸气蒸馏装置	52
2.12 萃取	53
2.12.1 基本原理	53
2.12.2 萃取过程的分离效果	54
2.12.3 萃取剂的选择	55
2.12.4 萃取操作方法	56

2.13 重结晶	58	3.19 微波辐射合成肉桂酸	113
2.13.1 基本原理	58	3.20 超声条件下苯甲酸甲酯的 合成	114
2.13.2 重结晶溶剂的选择	58	3.21 超声波辅助橙皮中提取 柠檬烯	115
2.13.3 重结晶的操作方法	59	3.22 2-甲基-2-己醇的制备	116
2.14 升华	63	3.23 三苯甲醇的制备	118
2.14.1 基本原理	63	3.24 抗氧化剂 BHT 的制备	119
2.14.2 升华操作	64	第4章 设计性实验	123
2.15 色谱分离技术	66	4.1 设计性实验的一般要求	123
2.15.1 薄层色谱	66	4.2 液体洗涤剂的配制	124
2.15.2 纸色谱	69	4.3 从天然产物中提取香精	125
2.15.3 柱色谱	71	4.4 从植物中提取天然色素	126
第3章 有机化合物的合成与 制备	76	4.5 茶叶中咖啡因的提取与纯化	127
3.1 无水乙醇的制备	76	4.6 羧酸酯类香精的合成	128
3.2 环己烯的合成	77	4.7 苯甲酸的合成	129
3.3 1-溴丁烷的制备	79	4.8 苯乙酮的制备	130
3.4 乙酸正丁酯的制备	81	附录	132
3.5 乙酸乙酯的制备	83	附录 I 常用元素相对原子质量	132
3.6 硝基苯的制备	85	附录 II 常用的酸碱浓度和组成	132
3.7 苯胺的制备	87	附录 III 常见有机溶剂沸点和相对 密度表	133
3.8 正丁醚的制备	88	附录 IV 压力换算表	133
3.9 乙酰苯胺的合成	90	附录 V 水的饱和蒸气压 (0~100℃)	133
3.10 乙酰水杨酸的制备	93	附录 VI 常用有机试剂的纯化	134
3.11 肉桂酸的制备	95	附录 VII 常见有机官能团的定性 鉴定	136
3.12 甲基橙的制备	96	参考文献	141
3.13 对位红的制备与棉布染色	98		
3.14 茶叶中提取咖啡因	102		
3.15 菠菜中色素提取与色谱分离	103		
3.16 乙酰二茂铁的制备	106		
3.17 醋酸乙烯酯的乳液聚合	109		
3.18 微波辐射合成正溴丁烷	111		

第 1 章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常进行，培养良好的实验方法，并保证实验室的安全，学生必须严格遵守有机化学实验室规则。

(1) 在进入有机化学实验室之前，必须认真阅读本章内容，了解进入实验室后需注意的事项及有关规定。

(2) 切实做好实验前的准备工作。每次做实验前，认真预习有关实验内容及相关资料。写好实验预习报告，方可进行实验。没有达到预习要求者，不得进行实验。

(3) 进入实验室时，应熟悉实验室灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。严格遵守实验室的安全守则和每个实验操作中的安全注意事项。若发生意外事故应及时处理并报请老师做进一步处理。

(4) 每次实验，先将仪器安装好，经指导老师检查合格后，方可进行下一步操作。在操作前，想好每一步操作的目的、意义，实验中的关键步骤及难点，了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

(5) 实验中严格按操作规程操作，如要改变，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。遵从教师的指导，按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。若要更改实验内容，须征求教师同意，才可改变。实验完成后，经指导老师登记实验结果，并将产品回收统一保管。课后，按时写出符合要求的实验报告。

(6) 实验过程中应遵守纪律，保持安静，不得大声喧哗。要精神集中，认真操作，细致观察，积极思考，如实记录，不得擅自离开实验室。不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室，实验室内不能吸烟和吃东西。

(7) 应经常保持实验室的环境卫生。爱护公共仪器和工具，应在指定地点使用，并保持整洁，公共仪器用完后，放回原处，并保持原样；药品取完后及时将盖子盖好，保持药品台清洁。废液应倒入废液桶内（易燃液体除外），固体废物（如沸石、棉花等）应倒入垃圾桶内，千万不要倒入水池中，以免堵塞。

(8) 要节约用水、电和药品。如有损坏仪器应及时告诉老师如实登记，办理登

记换领手续。

(9) 实验完毕离开实验室时, 应把水、电和煤气开关关闭, 做好实验台的清洁, 交还实验仪器, 请老师检查、签字后, 方可离开实验室。

(10) 值日生应打扫实验室, 把废物容器倒净。做完值日后, 再请指导老师检查签字。离开实验室前检查水、电、气是否关闭。

1.2 有机化学实验室的安全知识

在实验中要经常使用有机试剂和溶剂, 这些物质大多数都易燃、易爆, 而且具有一定的毒性。虽然在选择实验时, 已尽量选用低毒性的溶剂和试剂, 但是当大量使用时, 对人体也会造成一定的伤害, 因此防火、防爆、防毒是有机实验中的重要问题。同时还应注意安全用电, 防止割伤和灼伤事故的发生。

实验物品常见警告标识符号如图 1-1 所示。



图 1-1 实验物品常见警告标识符号

1.2.1 防火

为了防止着火，实验中应注意以下几点。

(1) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物。加热时，应根据实验要求及易燃物的特点选择热源，注意远离明火。严禁用明火进行易燃液体（如乙醚）的蒸馏或回流操作。

(2) 尽量防止或减少易燃气体外逸，倾倒时要灭火源，且注意室内通风，及时排出室内的有机物蒸气。

(3) 易燃、易挥发的废物不得倒入废液缸或垃圾桶内。量大时应专门回收处理；量小时可倒入水池用水冲走，但是严禁将与水有猛烈反应的物质倒入水槽中，如金属钠，切忌养成一切东西都往水槽里倒的习惯。

(4) 注意一些能在空气中自燃的试剂的使用与保存（如煤油中的钾、钠和水中的白磷）。

(5) 蒸馏易燃的有机物时，装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因，若因塞子被腐蚀时，则待冷却后，才能换掉塞子；若漏气不严重时，可用石膏封口，但是绝不能用蜡涂口，因为蜡熔化的温度不高，受热后，它会熔融，不仅起不到密封的作用，还会溶解于有机物中，又会引起火灾，所以用蜡涂封不但无济于事，还往往引起严重的后果。从蒸馏装置接收瓶出来的尾气的出口应远离火源，最好用橡皮管引到室外去。

(6) 回流或蒸馏易燃低沸点液体时，应注意：①应放数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管，以防止暴沸，若在加热后才发觉未放入沸石这类物质时，绝不能急躁，不能立即打开瓶塞补放，而应停止加热，待被蒸馏的液体冷却后才能加入，否则，会因暴沸而发生事故；②严禁直接加热；③瓶内液体量最多只能装至半满；④加热速度宜慢，不能快，避免局部过热。总之，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。

(7) 用油浴加热蒸馏或回流时，必须十分注意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，主要是由于橡皮管套进冷凝管的侧管上不紧密，开动水阀过快，水流过猛把橡皮管冲出来，或者由于橡皮管套不紧而漏水，所以要求橡皮管套入侧管时要很紧密，开动水阀也要慢动作，使水流慢慢通入冷凝管中。

(8) 当处理大量的可燃性液体时，应在通风橱中或在指定地方进行，室内应无火源。

(9) 不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱扔，也不得丢入废物缸中。否则，很容易发生危险。

实验室如发生失火事故，室内全体人员应积极而有秩序地参加灭火。一般采用如下措施。

一方面防止火势扩展，立即关闭煤气灯，熄灭其他火源，关闭室内总电闸，搬

开易燃物质。另一方面,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,反而会引起更大火灾。在失火初期,不能用口吹,必须使用灭火器、砂、毛毡等。若火势小,可用数层抹布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内),可盖上石棉板使之隔绝空气而熄灭,绝不能用口吹。

如果油类着火,要用砂或灭火器灭火。也可撒上干燥的固体碳酸钠或碳酸氢钠粉末,就能扑灭。

如果电器着火,必须先切断电源,然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳蒸气有毒,在空气不流通的地方使用有危险!),因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器去灭火,因为水能导电,会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火,应立即在地上打滚,盖上毛毡或棉毯一类东西,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,采取不同的方法扑灭火焰。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。水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物都比水轻,泼水后,火不但不熄,反而漂浮在水面燃烧,火随水流促其蔓延。

常用灭火器的种类与适用范围如图 1-2 和表 1-1 所示。



图 1-2 常用灭火器种类

表 1-1 常用灭火器的适用范围

名称	药液成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	用于一般失火及油类着火。因为泡沫能导电,所以不能用于扑灭电器设备着火。火后清理较麻烦
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	用于电器设备及汽油、丙酮等着火。四氯化碳在高温下生成剧毒的光气,不能在狭小和通风不良的实验室使用 注意四氯化碳与金属钠接触将发生爆炸
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备的灭火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	用于电器设备失火及忌水的物质及有机物着火。注意喷出的二氧化碳使温度骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类与适宜的润滑剂和防潮剂	用于油类、电器设备、可燃气体及遇水燃烧等物质的着火

1.2.2 防爆

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有以下两种情况。

(1) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或者受到碰撞时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或者操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏使用不耐压的仪器,反应过于激烈而失去控制,易燃易爆气体如氢气、乙炔等气体烃类、煤气和有机蒸气等大量逸入空气,引起爆燃等。

爆炸的毁坏力极大,必须严加防范。凡有爆炸危险的实验,在教材中必有具体的安全指导,应严格执行。此外,平时应该遵守以下各点。

(1) 取出的试剂药品不得随便倒回储备瓶中,也不能随手倾入污物缸,应征求教师意见后再加以处理。

(2) 在做高压或减压实验时,应使用防护屏或戴防护面罩。

(3) 不得让气体钢瓶在地上滚动,不得撞击钢瓶表头,更不得随意调换表头。搬运钢瓶时应使用钢瓶车。

(4) 在使用和制备易燃、易爆气体时,如氢气、乙炔等,必须在通风橱内进行,并不得在其附近点火。

(5) 煤气灯用完后或中途煤气供应中断时,应立即关闭煤气龙头。若遇煤气泄漏,必须停止实验,立即报告教师检修。

1.2.3 防中毒和化学灼伤

化学药品的危险性除了易燃易爆外,还在于它们具有腐蚀性、刺激性、对人体的毒性,特别是致癌性。使用不慎会造成中毒或化学灼伤事故。特别应该指出的是,实验室中常用的有机化合物,其中绝大多数对人体都有不同程度的毒害。

化学中毒主要是由下列原因引起的。

- (1) 由呼吸道吸入有毒物质的蒸气。
- (2) 有毒药品通过皮肤吸收进入人体。
- (3) 吃进被有毒物质污染的食物或饮料，品尝或误食有毒药品。

化学灼伤则是因为皮肤直接接触强腐蚀性物质、强氧化剂、强还原剂，如浓酸、浓碱、氢氟酸、钠、溴等引起的局部外伤。

化学中毒和化学灼伤的预防措施如下。

(1) 最重要的是保护好眼睛！在化学实验室里应该一直佩戴护目镜（平光玻璃或有机玻璃眼镜），防止眼睛受刺激性气体熏染，防止任何化学药品特别是强酸、强碱、玻璃屑等异物进入眼内。

(2) 禁止用手直接取用任何化学药品，使用有毒药品时除用药匙、量器外必须佩戴橡皮手套，实验后马上清洗仪器用具，立即用肥皂洗手。

(3) 尽量避免吸入任何药品和溶剂蒸气。处理具有刺激性的、恶臭的和有毒的化学药品时，如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 Br_2 、 CO 、 SO_2 、 SO_3 、 HCl 、 HF 、浓硝酸、发烟硫酸、浓盐酸、乙酰氯等，必须在通风橱中进行。通风橱开启后，不要把头伸入橱内，并保持实验室通风良好。

(4) 严禁在酸性介质中使用氰化物。

(5) 禁止口吸吸管移取浓酸、浓碱、有毒液体，应该用洗耳球吸取。禁止冒险品尝药品试剂，不得用鼻子直接嗅气体，而是用手向鼻孔扇入少量气体。

(6) 不要用乙醇等有机溶剂擦洗溅在皮肤上的药品，这种做法反而增加皮肤对药品的吸收速度。

(7) 实验室里禁止吸烟进食，禁止赤膊穿拖鞋。

(8) 有毒药品应认真操作，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。

(9) 有些有毒物质会渗入皮肤，因此，接触这些物质时必须戴橡皮手套，操作后立即洗手，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，严重者会造成中毒死亡事故。

(10) 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伸入橱内。

化学中毒和化学灼伤的急救措施如下。

(1) 眼睛灼伤或掉进异物

一旦眼内溅入化学药品，立即用大量水缓缓彻底冲洗。实验室内应有专用洗眼水龙头。洗眼时要保持眼皮张开，可由他人帮助翻开眼睑，持续冲洗 15 分钟。忌用稀酸中和溅入眼内的碱性物质，反之亦然。对因溅入碱金属、溴、磷、浓酸、浓碱或其他刺激性物质的眼睛灼伤者，急救后必须迅速送往医院检查治疗。

玻璃屑进入眼睛内是比较危险的。这时要尽量保持平静，绝不可用手揉擦，也不要试图让别人取出碎屑，尽量不要转动眼球，可任其流泪，有时碎屑会随泪水流出。用纱布轻轻包住眼睛后，将伤者急送医院处理。

若系木屑、尘粒等异物，可由他人翻开眼睑，用消毒棉签轻轻取出异物，或任其流泪，待异物排出后，再滴入几滴鱼肝油。

(2) 皮肤灼伤

① 酸灼伤。皮肤上——立即用大量水冲洗，然后用 5% NaHCO_3 溶液洗涤，再涂上油膏，并将伤口扎好。氢氟酸能腐烂指甲、骨头，滴在皮肤上，会形成痛苦的、难以治愈的烧伤。皮肤若被灼烧后，应先用大量水冲洗 20 分钟以上，再用冰冷的饱和硫酸镁溶液或 70% 酒精浸洗 30 分钟以上，或用大量水冲洗后，用肥皂水或 2%~5% NaHCO_3 溶液冲洗，用 5% NaHCO_3 溶液湿敷。局部外用可的松软膏或紫草油软膏及硫酸镁糊剂。

眼睛——抹去溅在眼睛外面的酸，立即用水冲洗，用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗，再用稀碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。

衣服——先用水冲洗，再用稀氨水洗，最后用水冲洗。

地板——先撒石灰粉，再用水冲洗。

② 碱灼伤。皮肤——先用水冲洗，然后用饱和硼酸溶液或 1% 醋酸溶液洗涤，再涂上油膏，并包扎好。

眼睛——抹去溅在眼睛外面的碱，用水冲洗，再用饱和硼酸溶液洗涤后，滴入蓖麻油。

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

③ 溴灼伤。应立即用酒精洗涤，涂上甘油，用力按摩，将伤处包好。被溴灼伤后的伤口一般不易愈合，必须严加防范。凡用溴时都必须预先配制好适量的 20% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液备用。一旦有溴沾到皮肤上，立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗，再用大量水冲洗干净，包上消毒纱布后就医。

如眼睛受到溴的蒸气刺激，暂时不能睁开时，可对着盛有卤仿或酒精的瓶内注视片刻。

在受上述灼伤后，若创面起水泡，均不宜把水泡挑破。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。

(3) 中毒急救

实验中若感觉咽喉灼痛、嘴唇脱色或发绀，胃部痉挛或恶心呕吐、心悸头痛等症状时，则可能系中毒所致。视中毒原因施以下述急救后，立即送医院治疗，不得延误。

① 固体或液体毒物中毒。有毒物质尚在嘴里的立即吐掉，用大量水漱口。误食碱者，先饮大量水再喝些牛奶。误食酸者，先喝水，再服 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 乳剂，最后

饮些牛奶。不要用催吐药，也不要服用碳酸盐或碳酸氢盐。

重金属盐中毒者，喝一杯含有几克 MgSO_4 的水溶液，立即就医。不要服催吐药，以免引起危险或使病情复杂化。

砷和汞化物中毒者，必须紧急就医。

在“The Merck Index, 9th Edition” p. MISG21-28 中载有各种解毒方法，必要时应查阅提供给医生，以便及时对症下药。

② 吸入气体或蒸气中毒。立即转移至室外，解开衣领和纽扣，呼吸新鲜空气。对休克者应施以人工呼吸，但不要对口法，立即送医院急救。

1.2.4 防割伤

在烧熔和加工玻璃物品时最容易被烫伤，在切割玻璃管或向木塞、橡皮塞中插入温度计、玻璃管等物品最容易发生割伤。

玻璃质脆易碎，对任何玻璃制品都不得用力挤压或造成张力。在将玻璃管、温度计插入塞中时，塞上的孔径与玻璃管的粗细要吻合。玻璃管的锋利切口必须在火中烧圆，管壁上用几滴水或甘油润湿后，用布包住用力部位轻轻旋入，切不可用猛力强行连接。

(1) 割伤

先取出伤口处的玻璃碎屑等异物，用水洗净伤口，挤出一点血，涂上红汞水后用消毒纱布包扎。也可在洗净的伤口上贴上“创可贴”，可立即止血，且易愈合。

若严重割伤大量出血时，应先止血，让伤者平卧，抬高出血部位，压住附近动脉，或用绷带盖住伤口直接施压，若绷带被血浸透，不要换掉，再盖上一块施压，立即送医院治疗。

(2) 烫伤

一旦被火焰、蒸汽、红热的玻璃、铁器等烫伤时，立即将伤处用大量水冲淋或浸泡，以迅速降温避免深度烧伤。若起水泡不宜挑破，用纱布包扎后送医院治疗。对轻微烫伤，可在伤处涂些鱼肝油或烫伤油膏或万花油后包扎。

1.2.5 用电安全

进入实验室后，首先应了解水、电、气的位置，而且要掌握它们的使用方法。在实验中，应先将电器设备上的插头与插座连接好，再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前应检查线路连接是否正确，电器内外要保持干燥，不能有水或其他溶剂。实验做完后，应先关掉电源，再拔去插头。

1.3 有机化学实验预习、记录和实验报告

有机化学实验是一门综合性较强的理论联系实际的课程，也是一门跨学科的基础实验课，其设置的目的是：使学生掌握有机化学实验的一些基本操作技能，

学会一些重要有机化合物的制备、分离、提纯和鉴定方法。通过实验获得必要的感性认识,验证和巩固所学的有机化学知识。培养理论联系实际的工作之风,严谨的科学态度,良好的实验习惯以及分析问题和解决问题的能力。通过实验使学生掌握有机实验的基本操作技能,培养学生独立操作的能力,使学生具有观察和记录实验现象、处理数据、描绘装置图、撰写实验报告的能力。

1.3.1 实验预习

实验预习包括以下内容。

- (1) 实验目的:写出本次实验要达到的目的。
- (2) 反应及操作原理:用反应式写出主反应及副反应,写出反应机理,简单叙述操作原理。
- (3) 按实验报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。
- (4) 主要试剂用量及规格。
- (5) 画出主要反应装置图,并标明仪器名称。
- (6) 画出反应及产品纯化过程流程图。
- (7) 写出操作步骤。
- (8) 计算理论产量。

1.3.2 实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料,实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此,学会做好实验记录也是培养学生科学作风及实事求是精神的一个重要环节。

作为一位科学工作者,必须对实验的全过程进行仔细观察。如反应液颜色的变化,有无沉淀及气体出现,固体的溶解情况以及加热温度和加热后反应的变化等等,都应认真记录。同时还应记录加入原料的颜色和加入的量、产品的颜色和产品的量、产品的熔点或沸点等理化数据。记录时要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要、条理清楚。记录直接写到报告上,不要随便记在一张纸上,课后抄在报告上。

1.3.3 实验报告

实验报告是将实验操作、实验现象及所得各种数据综合归纳、分析提高的过程,是把直接的感性认识提高到理性认识的必要步骤,也是向导师报告、与他人交流及储存备查的手段。实验报告是将实验记录整理而成的,不同类型的实验有不同的格式。一般包括以下内容。

- (1) 对实验现象逐一做出正确解释,能用反应式表示的尽量用反应式表示。
- (2) 计算产率。在计算理论产量时应注意:有多种原料参加反应时,以物质的量最小的那种原料的量为标准;不能用催化剂或引发剂的量计算;有异构体存在时,以各种异构体理论产量之和进行计算,实际产量也是异构体实际产量之和。计

算公式为：

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

(3) 填写物理常数测试表。分别填写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；写出做实验的体会；分析实验中出现的问题和解决的方法；对实验提出建设性的建议。通过讨论总结提高和巩固实验中所学习的理论知识和实验技术。

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。

现以乙酸乙酯（醋酸乙酯）的合成为例，格式如下。

乙酸乙酯的合成

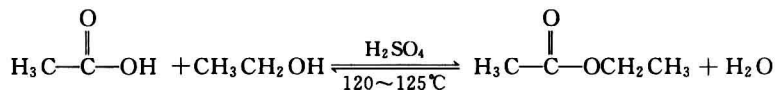
一、实验目的

1. 学习乙酸乙酯的制备方法；
2. 了解酯化反应的原理；
3. 掌握常压蒸馏、分液漏斗及滴液漏斗的使用、干燥及干燥剂的使用等操作技术。

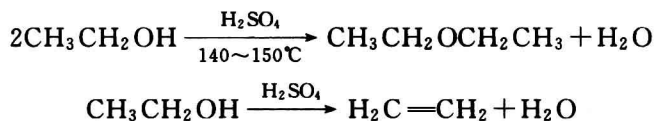
二、实验原理

制备酯类物质最常用的方法是由羧酸和醇直接酯化来合成。酯化反应是一个可逆反应，而且在室温下反应速率很慢。加热、加酸作催化剂，可使酯化反应速率大大加快。同时为了使平衡向生成物方向移动，可以采用增加反应物羧酸或醇的量，并使反应中生成的水或酯及时蒸出。

浓硫酸催化下，乙酸和乙醇生成乙酸乙酯。



副反应：



为了提高酯的产量，本实验采取加入过量乙醇及不断把反应生成的酯和水蒸出的方法。在工业生产中，一般采用加入过量的乙酸，以便使乙醇转化完全，避免由于乙醇和水及乙酸乙酯形成二元或三元恒沸物给分离带来困难。

三、主要试剂及产物物理常数

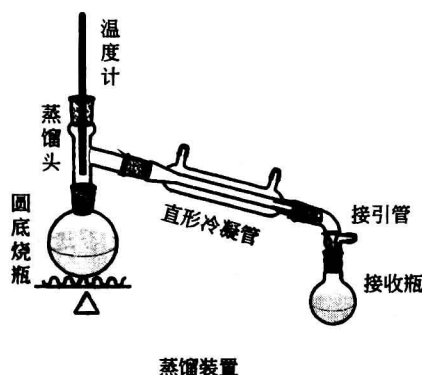
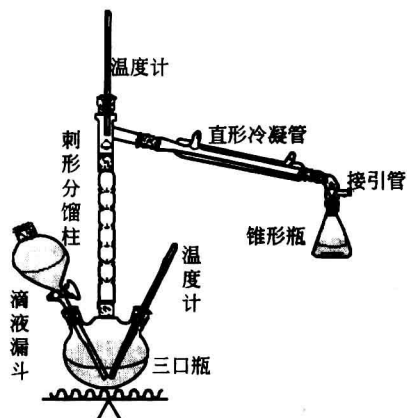
名称	分子量	性状	折射率	密度 /(g/cm ³)	熔点/℃	沸点/℃	溶解度:溶剂		
							水	醇	醚
冰醋酸	60.05	无色液体		1.0492	16.6	117.9	溶	溶	溶
乙醇	46	无色液体	1.3651	0.79	-114	78.3	混溶		混溶
乙酸乙酯	88.11	无色液体	1.3724	0.9006	-83.8	77.1	微溶	溶	溶

四、主要试剂用量及规格

试剂: 冰醋酸 3g (2.8mL、0.05mol), 95% 乙醇 3.9g (5mL、0.079mol), 浓硫酸, 饱和碳酸钠溶液, 饱和食盐水, 饱和氯化钠溶液, 无水硫酸镁。

仪器: 圆底烧瓶 (三口烧瓶), H 型分馏头, 锥形瓶, 分液漏斗, 量筒, 蒸发皿等。

五、仪器装置



六、实验步骤及现象

(1) 安装仪器: 按图安装好仪器。

(2) 加料: 在烧瓶中加入 5mL 乙醇和 3.8mL 冰醋酸, 然后在振摇下慢慢加入 1mL 浓硫酸, 加入沸石 (浓硫酸除了催化作用外, 还能吸收反应生成的水)。

(3) 制备: 通冷凝水, 用油浴加热烧瓶, 保持油浴温度在 140℃ 左右, 这时反应混合物的温度为 120℃ 左右。回流时间约需 20~30min, 待反应物冷却后取下冷凝管, 装上微型蒸馏头, 按图装好蒸馏装置, 水浴加热蒸馏, 馏出液体积约为反应物总体积的 2/3。

(4) 纯化: 将饱和碳酸钠溶液很缓慢地加入馏出液中, 直到无二氧化碳逸出为止, 饱和碳酸钠溶液要少量分批加入, 并要不断地摇动接收器 (有大量二氧化碳气体逸出)。用石蕊试纸检验酯层, 若酯层仍显酸性, 还需加入碳酸钠溶液, 直至酯层不显酸性为止。把混合液倒入分液漏斗中, 静置, 放出下面的水层。酯层用 3mL 饱和食盐水洗涤, 分净后, 再用 3mL 饱和氯化钙溶液洗涤两次, 放出下层废