

有机合成化学实验

YOUJI HECHENG HUAXUE SHIYAN

苟绍华 主编

段文猛 马丽华 副主编



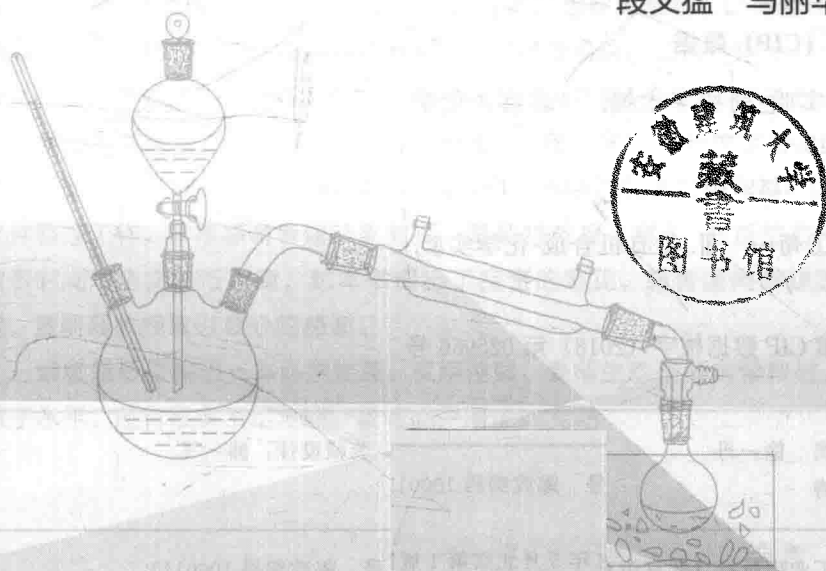
化学工业出版社

有机合成化学实验

YOUJI HECHENG HUAXUE SHIYAN

苟绍华 主编

段文猛 马丽华 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

元 00.88 / 册 家

本书是根据学校学科建设发展的需要而编写的一本有机化学类实验教材,为化学、化工及相关专业的《有机化学》及《有机合成》课程配套实验教材,其目的是进一步培养学生良好的实验室工作习惯和独立动手操作的能力,提高学生主动进行实验的积极性。本书内容主要含有机合成化学实验的基本知识、有机合成化学实验的基本操作、有机化合物制备与反应。书后附有各类实验参考数据,以便查阅。

本实验教材可作为本科院校的化学类本科生教材,也可供专科院校或其他相关专业选作教材和参考,同时也可以作为化学化工专业工作人员及研究人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机合成化学实验/苟绍华主编. —北京:化学工业出版社, 2018. 3

ISBN 978-7-122-31497-0

I. ①有… II. ①苟… III. ①有机合成-化学实验
IV. ①O621. 3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 025956 号

责任编辑:金 杰 徐一丹

装帧设计:韩 飞

责任校对:边 涛

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 装:北京市白帆印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 13 字数 314 千字 2018 年 5 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: 38.00 元

版权所有 违者必究

本书是在我校《有机合成实验》(讲义)、《近代化学实验》(贾朝霞、杨世光主编)基础上,根据学校学科建设需要编写的一本有机化学类实验教材,并对部分内容进行了调整和补充,部分文字或图表也进行了修订。本书同时也是我校化学、应用化学、化学工程与技术、环境科学与工程、安全工程、材料科学与工程、新能源材料与器件等专业的配套实验教材。其目的是进一步培养学生的动手能力和独立操作能力。

本书内容主要含有机合成化学实验的基本知识、有机合成化学实验的基本操作、有机化合物制备与反应。书后附有各类实验参考数据,以便查阅。本书可作为本科院校的化学类本科生教材,也可供专科院校或其他相关专业选作教材和参考,同时还可以作为化学化工专业工作人员及研究人员的参考书。

参加本书编写工作的有主编苟绍华教授(主编)、段文猛副教授、马丽华讲师(副主编),研究生彭川、张慧超、费玉梅、周艳婷、李世伟等参与了部分文件整理工作,非常感谢李建波副教授、贾朝霞教授(审),在百忙之中抽出宝贵时间对全文进行审查,对本书提出了宝贵的意见,编者谨向李建波副教授、贾朝霞教授致以衷心的感谢。

编者是希望编出一本科学性强、实用性强、受师生欢迎的实验教材,然而限于水平,还有很多不足之处,敬请批评指正。

编者

2017年8月

第1章 有机合成化学实验的基本知识

1.1 有机合成化学实验目的	1
1.2 实验学习方法	1
1.3 有机化学实验室守则	2
1.4 实验室安全	3
1.4.1 实验室安全守则	3
1.4.2 气体钢瓶及使用注意事项	3
1.5 事故的预防与急救处理	5
1.5.1 火灾、爆炸、中毒、触电事故的预防	5
1.5.2 实验室的偶发事故与急救处理	6
1.5.3 有机化学品的毒性及化学废弃物排放	7
1.6 试剂及药品使用规则	8
1.7 实验预习、实验记录和实验报告	9
1.7.1 实验预习	9
1.7.2 实验记录	9
1.7.3 实验报告	10
1.7.4 总结讨论	10
1.7.5 实验装置图	11
1.8 有机化学实验常用仪器及其正确使用	12
1.8.1 常用仪器	12
1.8.2 有机化学实验常用装置	15
1.9 有机合成中常用仪器的使用	17
1.9.1 旋转蒸发仪	17
1.9.2 催化氢化装置	17
1.9.3 压缩气体钢瓶	18
1.9.4 气压计	19
1.9.5 真空泵	19
1.10 有机化学实验基本操作技术	20

1.10.1	玻璃仪器的洗涤和保养	20
1.10.2	玻璃仪器的干燥	20
1.10.3	加热与冷却	21
1.10.4	干燥与干燥剂	22
1.11	常用有机溶剂的纯化方法	24
1.11.1	甲醇	24
1.11.2	乙醇	24
1.11.3	乙醚	25
1.11.4	丙酮	26
1.11.5	石油醚	26
1.11.6	苯	26
1.11.7	氯仿	26
1.11.8	<i>N,N</i> -二甲基甲酰胺	27
1.11.9	二甲亚砜	27
1.11.10	二硫化碳	27
1.11.11	四氢呋喃	28
1.11.12	1,2-二氯乙烷	28
1.11.13	二氯甲烷	28
1.11.14	二氧六环	28
1.11.15	四氯化碳	29
1.11.16	甲苯	29
1.11.17	正己烷	29
1.11.18	乙酸	29
1.12	无水无氧实验操作技术	30
1.12.1	双排管操作的实验原理	30
1.12.2	双排管实验操作步骤	30
1.12.3	玻璃仪器的洗涤干燥及橡胶材质的处理	31
1.12.4	脱水脱氧方法	32
1.12.5	注射器针管技术	32
1.13	有机化学文献简介	33
1.13.1	三次文献	34
1.13.2	二次文献	37
1.13.3	一次文献	38
1.13.4	常用文献网站	40

第2章 有机合成化学实验的基本操作

2.1	有机化合物物理常数测定	41
2.1.1	有机化合物熔点测定	41

2.1.2 液态有机物沸点的测定	42
2.1.3 折射率的测定	42
2.1.4 旋光度的测定	44
实验 2-1 苯甲酸熔点的测定	44
实验 2-2 旋光度法测葡萄糖浓度实验	45
2.2 固体有机化合物的分离与纯化	47
2.2.1 重结晶	47
2.2.2 升华	50
实验 2-3 粗萘的提纯	50
实验 2-4 乙酰苯胺的重结晶	51
2.3 液体有机化合物的分离和纯化	52
2.3.1 普通蒸馏	53
2.3.2 水蒸气蒸馏	55
2.3.3 减压蒸馏	57
2.3.4 分馏	59
实验 2-5 普通蒸馏	60
实验 2-6 八角茴香的水蒸气蒸馏	61
实验 2-7 苯乙酮的减压蒸馏	62
实验 2-8 丙酮和 1,2-二氯乙烷混合物的分馏	63
实验 2-9 三组分混合物的分离	64
2.4 色谱分离技术	64
2.4.1 柱色谱	65
2.4.2 纸色谱	66
2.4.3 薄层色谱	68
实验 2-10 荧光黄和碱性湖蓝的分离	70
2.5 萃取	73
2.5.1 萃取的原理	73
2.5.2 液体中物质的萃取	74
2.5.3 固体物质的萃取	76
2.6 鉴别结构的波谱方法	77
2.6.1 紫外-可见光光谱法	77
2.6.2 红外光谱法	78
2.6.3 核磁共振波谱法	78
2.6.4 质谱法	78
实验 2-11 紫外-可见光光谱法	79
实验 2-12 紫外-可见光光谱法表征共轭有机化合物	80
实验 2-13 红外光谱法	81
实验 2-14 核磁共振波谱法	82
实验 2-15 质谱法	83

实验 2-16 苯胺的波谱综合分析	84
实验 2-17 乙酰乙酸乙酯的合成及其波谱分析	85
实验 2-18 波谱法测定乙酰乙酸乙酯互变异构体	87
实验 2-19 酸含量的测定	89
实验 2-20 高效液相色谱-紫外法测定水中的苯酚含量	91
实验 2-21 水中挥发酚类的测定	92

第 3 章 有机化合物的制备与反应

3.1 烯烃	95
实验 3-1 环己烯的制备	95
3.2 卤代烃	97
实验 3-2 溴乙烷的制备	98
实验 3-3 正溴丁烷的制备	99
实验 3-4 1,2-二溴乙烷的合成	100
实验 3-5 叔丁基氯的制备	101
实验 3-6 溴苯的制备	103
实验 3-7 卤代烃 $\text{S}_{\text{N}}1/\text{S}_{\text{N}}2$ 反应活性的比较	104
实验 3-8 对氯甲苯的制备	105
3.3 醇和酚	106
实验 3-9 2-甲基-2-己醇的制备	107
实验 3-10 苯乙醇的合成	109
实验 3-11 邻叔丁基对苯二酚的制备	110
实验 3-12 间硝基苯酚的制备	112
3.4 醚	113
实验 3-13 乙醚的制备	114
实验 3-14 正丁醚的制备	115
3.5 醛酮及其衍生物	117
实验 3-15 肉桂醛的合成	117
实验 3-16 环己酮的合成	118
实验 3-17 苯乙酮的合成	120
实验 3-18 苯亚甲基苯乙酮的合成	121
实验 3-19 安息香的合成	123
实验 3-20 二苯酮的制备	124
实验 3-21 二苯乙二酮的合成	124
实验 3-22 4-苯基-2-丁酮的制备	126
实验 3-23 一种昆虫信息素 2-庚酮的制备	126
3.6 羧酸及其衍生物	128

实验 3-24	乙酸乙酯的制备	129
实验 3-25	己二酸的合成	130
实验 3-26	苯甲酸乙酯的制备	132
实验 3-27	乙酰水杨酸	133
实验 3-28	邻苯二甲酸二丁酯	135
实验 3-29	乙酰乙酸乙酯的制备	136
实验 3-30	乙酸正丁酯	138
实验 3-31	对硝基苯甲酸的制备	139
实验 3-32	烟酸的制备	140
实验 3-33	肉桂酸的制备	142
实验 3-34	香豆素-3-羧酸	143
实验 3-35	对氨基苯磺酰胺(磺胺)的制备	144
实验 3-36	苯甲醇和苯甲酸	145
实验 3-37	呋喃甲醇与呋喃甲酸	147
3.7	硝基化合物	148
实验 3-38	硝基苯的制备	149
实验 3-39	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	151
实验 3-40	2-硝基-1,3-苯二酚的制备	153
实验 3-41	间硝基苯胺的制备	154
实验 3-42	偶氮苯的制备	155
3.8	胺	156
实验 3-43	苯胺的制备	156
实验 3-44	乙酰苯胺的制备	158
实验 3-45	对硝基乙酰苯胺	159
实验 3-46	喹啉的制备	161
实验 3-47	8-羟基喹啉的制备	162
3.9	染料与偶氮化合物	163
实验 3-48	甲基红的制备	164
实验 3-49	甲基橙的制备	165
3.10	金属有机化合物	167
实验 3-50	乙酰二茂铁的制备	168
3.11	天然产物的提取	169
实验 3-51	从茶叶中提取咖啡因	170
实验 3-52	槐花米中芦丁的提取、分离与鉴定	172
3.12	多步骤有机合成	173
实验 3-53	对氨基苯甲酸	174
实验 3-54	对氨基苯甲酸乙酯	175
3.13	油田化学品合成	176
实验 3-55	油溶性降黏剂单体——丙烯酸十八酯的合成	177
实验 3-56	油田化学品中间体——羟甲基磺酸钠的合成	178

实验 3-57 水泥浆缓蚀剂、阻垢剂、钻井液降黏剂——羟基亚乙基二磷酸 (HEDP)	179
实验 3-58 黏土防膨剂——四乙基溴化铵的合成	180
实验 3-59 烯丙基缩水甘油醚的合成	181

附录

附录 1 常见有机化合物的定性鉴别	183
附录 2 常见有机化合物极性	185
附录 3 常用溶剂的沸点、溶解性和毒性	186
附录 4 常见有机物正别名对照	189
附录 5 有机化合物常用较强的干燥剂	189
附录 6 液体有机化合物常用干燥剂	189
附录 7 常用干燥剂适用条件	190
附录 8 常用压力单位换算表	191
附录 9 常用酸碱溶液相对密度及组成	191
附录 10 常用有机化合物缩写	194

参考文献

第1章 有机合成化学实验的基本知识

1.1 有机合成化学实验目的

化学是一门以实验为基础的科学,而有机合成化学实验是有机化学及相关课程不可缺少的一个重要组成部分,是培养学生独立操作、观察实验现象、记录数据、分析归纳、撰写实验报告等多方面的环节,是高等院校化学、应用化学、化学工程与工艺、材料科学、环境科学、医学、生物学、农学、药学及冶金、地质、轻工、食品等专业低年级学生必修的基础课程之一。其基本内容包括基本操作技术,有机物物理性质和化学性质的认识、实验测定、鉴别,有机物的制备、提取和分离等。

有机合成化学实验教学的主要目的有以下几点。

(1) 使课堂中讲授的重要理论和概念得到验证、巩固、充实和提高,并适当地扩大知识面。有机化学实验不仅能使理论知识形象化,并且能说明这些理论和规律在应用时的条件、范围和方法,较全面地反映化学现象的复杂性和多样性。

(2) 培养学生正确掌握有机合成化学实验的基本操作技能。培养学生能以小规模正确地进行制备实验和性质实验、分离和鉴定制备产品的能力;了解红外光谱等仪器的使用。只有正确的操作,才能得出准确的数据和结果,而后者又是正确结论的主要依据。

(3) 培养学生写出合格的实验报告、查阅相关中英文文献的能力。

(4) 培养学生独立思考、分析问题、解决问题和创新能力。学生需要学会联系课堂讲授的知识,仔细地观察和分析实验现象,认真地处理数据并概括现象,从中得出结论。

(5) 培养学生实事求是和严谨认真的科学态度。科学工作态度是指实事求是的作风,忠实于所观察到的客观现象。如果发现实验现象与理论不符合时,应检查操作是否正确或所应用的理论是否合适等。科学工作习惯是指设计科学、安排合理、操作正确、观察细致、分析准确及推断合乎逻辑等,这些都是做好实验的必要条件。

1.2 实验学习方法

要很好地完成实验任务,达到上述实验目的,除了应有正确的学习态度外,还要有正确的学习方法。化学实验课一般有以下三个环节。

(1) 重视课前预习:只有经过认真的课前预习,了解实验的目的与要求,理解实验原理,弄清操作步骤和注意事项,设计好记录数据的格式,写出简洁扼要的预习报告(对综合性和设计性实验写出设计方案),然后才能进入实验室进行各项操作。

(2) 认真实验：在教师指导下独立地进行实验是实验课程的主要教学环节，也是训练学生正确掌握实验技术，实现化学实验目的的重要手段。实验原则上应根据实验教材上所提示的方法、步骤和试剂进行操作，设计性实验或者对一般实验提出的新的实验方案，应该与指导教师讨论、修改和定稿后进行实验。并要求做到以下几点。

① 认真操作，细心观察，如实而详细地记录实验现象和数据。

② 如果发现实验现象和理论不符合，应首先尊重实验事实，并认真分析和检查其原因，通过必要手段重做实验，有疑问时力争自己解决问题，也可以相互轻声讨论或询问教师。

③ 实验过程中应保持肃静，严格遵守实验室工作规则；实验结束后，洗净仪器，整理药品及实验台。

(3) 独立撰写实验报告：做完课堂实验只是完成实验的一半，余下更为重要的是分析实验现象，整理实验数据，将直接的感性认识提高到理性思维阶段。实验报告的内容应包括实验目的、原理、实验步骤、实验现象和数据记录、数据处理结果和讨论等。结论或最后得出结论，若有数据计算，务必将所依据的公式和主要数据表达清楚；报告中可以针对本实验中遇到的疑难问题，对实验过程中发现的异常现象，或数据处理时出现的异常结果展开讨论，敢于提出自己的见解，分析实验误差的原因，也可以对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见或建议。

1.3 有机化学实验室守则

为了保证有机合成化学实验正常进行，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) 实验前必须认真预习有关实验的全部内容，并做好预习笔记和安排，通过预习，明确实验目的和要求及实验的基本原理、步骤和有关的操作技术，熟悉实验所需的药品、仪器和装置，了解实验中的注意事项。

(2) 实验前要清点仪器，如果发现有破损或缺少，应立即报告教师，按规定手续到实验预备室补领。实验时仪器若有损坏，亦应按规定手续到实验预备室换取新仪器。未经教师同意，不得拿用别的位置上的仪器。

(3) 试验时应保持安静，思想集中，认真操作，仔细观察现象，如实记录结果，积极思考问题。

(4) 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐。火柴梗、废纸屑、废液等应投入废液钵中，严禁投入或倒入水槽内，以防水槽和下水道管道堵塞或腐蚀。

(5) 实验时要爱护财物，小心地使用仪器和实验设备，注意节约水、电、药品。使用精密仪器时，应严格按照操作规程进行，要谨慎细致。如果发现仪器有故障，应立即停止使用，并及时报告指导教师。

(6) 药品要按需取用，自药品瓶中取出的药品，不应倒回原瓶中，以免带入杂质；取用药品后，应立即盖上瓶塞，以免搞错瓶塞，沾污药品，并随即将药品放回原处。

(7) 实验时要求按正确操作方法进行，注意安全。

(8) 实验完毕后应将玻璃仪器洗涤洁净，放回原处。清洁并整理好桌面，打扫干净水槽和地面，最后洗净双手。

(9) 实验结束后或离开实验室前, 必须检查电插头或闸刀是否拉开, 水龙头是否关闭等。实验室的一切物品(仪器、药品和实验产物等)不得带离实验室。

1.4 实验室安全

1.4.1 实验室安全守则

为了确保操作者、仪器设备及实验室的安全, 每个进入实验室的学生, 都应遵守有关规章制度, 并对一般的安全常识有所了解。

(1) 实验室严禁吸烟、饮食、大声喧哗、打闹。

(2) 易燃或有毒的挥发性有机物用后都应收集于指定的密闭容器中。

(3) 灼热的器皿应放在石棉网或石棉板上, 不可和冷物体接触, 以免破裂; 也不要用手接触, 以免烫伤; 更不要立即放入柜内或桌面上, 以免引起燃烧或烙坏桌面。

(4) 普通的玻璃瓶和容量器皿均不可加热, 也不可倒入热溶液以免引起破裂或使容量不准。

(5) 特殊仪器及设备在熟悉其性能及使用方法后方可使用, 并严格按照说明书操作。当情况不明时, 不得随便接通仪器电源或扳动旋钮。

(6) 加热试管时, 不要将试管口指向自己或别人, 不要俯视正在加热的液体, 以免液体溅出, 受到伤害。

(7) 嗅闻气体时, 应用手轻拂气体, 扇向自己后再嗅。

(8) 使用酒精灯时, 应随用随点燃, 不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯, 以免酒精溢出而失火。

(9) 能产生有刺激性或有毒气体的实验, 应在通风橱内(或通风处)进行。

(10) 禁止随意混合各种试剂药品, 以免发生意外事故。

(11) 有毒试剂(如氰化物、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物)不得进入口内或接触伤口。也不能将有毒物品随便倒入下水管道。

(12) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 切勿溅到眼睛上。稀释浓硫酸时, 应将浓硫酸慢慢倒入水中, 而不能将水向浓硫酸中倒, 以免喷溅。

(13) 乙醚、乙醇、丙酮、苯等有机易燃物质, 安放和使用时必须远离明火, 取用完毕后应立即盖紧瓶塞和瓶盖。

(14) 将玻璃管(棒)或温度计插入塞中时, 应先检查塞孔大小是否合适, 玻璃是否平光, 并用布裹住或涂些甘油等润滑剂后旋转而入。握玻璃管(棒)的手应靠近塞子, 防止因玻璃管折断割伤皮肤。

(15) 充分熟悉安全用具如石棉布、灭火器、砂桶以及急救箱的放置地点和使用方法, 并妥加爱护。安全用具及急救药品不准移作他用。

1.4.2 气体钢瓶及使用注意事项

钢瓶又称高压气瓶, 是一种在加压下储存或运送气体的容器。实验室常用它获得各种气体。钢瓶是用无缝合金钢或碳素钢管制成的圆柱形容器, 器壁很厚, 一般最高工作压力为

15MPa。使用时为了降低压力并保持压力稳定，必须装置减压阀，各种气体的减压阀不能混用。

通常有铸钢、低合金钢和玻璃钢等。氢气、氧气、氮气、空气等在钢瓶中呈压缩气状态，二氧化碳、氨、氯、石油气等在钢瓶中呈液化状态。乙炔钢瓶内装有多孔性物质（如木屑、活性炭等）和丙酮，乙炔气体在压力下溶于其中。为了防止各种钢瓶混用，全国统一规定了瓶身、横条以及标字的颜色，以示区别。气体钢瓶颜色与标记如表 1.1 所示。

表 1.1 常用钢瓶颜色与标色

序号	充装气体名称	化学式	瓶色	字样	字色	色环
1	乙炔	CHCH	白	乙炔不可近火	大红	
2	氢	H ₂	淡绿	氢	大红	P=20, 淡黄色单环 P=30, 淡黄色双环
3	氧	O ₂	淡(酞)色	氧	黑	P=20, 白色单环 P=30, 白色双环
4	氮	N ₂	黑	氮	淡黄	
5	空气		黑	空气	白	
6	二氧化碳	CO ₂	铝白	液化二氧化碳	黑	P=20, 黑色单环
7	氯	Cl ₂	深绿	液氯	白	
8	氨	NH ₃	淡黄	液氨	黑	
9	氟	F ₂	白	氟	黑	
10	一氧化氮	NO	白	一氧化氮	黑	
11	二氧化氮	NO ₂	白	二氧化氮	黑	
12	碳酰氯	COCl ₂	白	液化光气	黑	
13	砷化氢	AsH ₃	白	液化砷化氢	大红	
14	磷化氢	PH ₃	白	液化磷化氢	大红	
15	乙硼烷	B ₂ H ₆	白	液化乙硼烷	大红	
16	四氟甲烷	CF ₄	铝白	氟利昂 14	黑	
17	二氟二氯甲烷	CF ₂ Cl ₂	铝白	液化氟利昂 12	黑	
18	三氟氯甲烷	CF ₃ ClBr	铝白	液化氟利昂 12B1	黑	
19	三氟氯甲烷	CF ₃ Cl	铝白	液化氟利昂 13	黑	
20	三氟溴甲烷	CF ₃ Br	铝白	液化氟利昂 13B1	黑	
21	六氟乙烷	C ₂ F ₆	铝白	液化氟利昂 116	黑	P=12.5, 深绿色单环

使用钢瓶时应注意以下几点。

(1) 气体钢瓶在运输、储存和使用时，注意勿使气体钢瓶与其他坚硬物体碰撞，搬运钢瓶时要旋上瓶帽，套上橡胶圈，轻拿轻放，防止摔碰或剧烈振动引起爆炸。钢瓶应放置在阴凉、干燥、远离热源的地方，避免日光直晒。氢气钢瓶应存放在与实验室隔开的气瓶房内。实验室中应尽量少放钢瓶。

(2) 原则上有毒气体（如液氯等）钢瓶应单独存放，严防有毒气体逸出，注意室内通风。最好在存放有毒气体钢瓶的室内设置毒气检测装置。

(3) 若两种钢瓶中的气体接触后可能引起燃烧或爆炸，则这两种钢瓶不能存放在一起。气体钢瓶存放或使用时要固定好，防止滚动或跌倒。为确保安全，最好在钢瓶外面装橡胶防震圈。液化气体钢瓶使用时一定要直立放置，禁止倒置使用。

(4) 钢瓶使用时要用减压表，一般可燃性气体（氢、乙炔等）钢瓶气门螺纹是反向的，不燃或助燃性气体（氮、氧等）钢瓶气门螺纹是正向的。各种减压表不得混用。开启气门时应站在减压表的另一侧，以防减压表脱出而被击伤。

减压表由指示钢瓶压力的总压力表、控制压力的减压阀和减压后的分压力表三部分组

成。使用时应注意,把减压表与钢瓶连接好(勿猛拧!)后,将减压表的调压阀旋到最松位置(即关闭状态)。然后打开钢瓶总气阀门,总压力表即显示瓶内气体总压。检查各接头(用肥皂水)不漏气后,方可缓慢旋紧调压阀门,使气体缓缓送入系统。使用完毕时,应首先关紧钢瓶总阀门,排空系统的气体,待总压力表与分压力表均指到0时,再旋松调压阀门。如钢瓶与减压表连接部分漏气,应加垫圈使之密封,切不能用麻丝等物堵漏,特别是氧气钢瓶及减压表绝对不能涂油,这更应特别注意!

(5) 钢瓶中的气体不可用完,应留有0.5%表压以上的气体;以防止重新灌气时发生危险。

(6) 可燃性气体使用时,一定要有防止回火的装置(有的减压表带有此种装置)。在导管中塞细铜丝网,管路中加液封可以起保护作用。

(7) 钢瓶应定期试压检验(一般钢瓶三年检验一次)。逾期未经检验或锈蚀严重时,不得使用,漏气的钢瓶不得使用。

(8) 严禁油脂等有机物沾污氧气钢瓶,因为油脂遇到逸出的氧气就可能燃烧,若已有油污沾污氧气钢瓶,则应立即用四氯化碳洗净。氢气、氧气或可燃气体钢瓶严禁靠近明火,与明火的距离一般不小于10m,否则必须采取有效的保护;氢气瓶最好放在远离实验室的小屋内;采暖期间,气瓶与暖气的距离不小于1m。存放氢气钢瓶或其他可燃性气体钢瓶的房间应注意通风,以免漏出的氢气或其他可燃性气体与空气混合后遇到火种发生爆炸。室内照明灯及电器通风装置均应防爆。

1.5 事故的预防与急救处理

1.5.1 火灾、爆炸、中毒、触电事故的预防

(1) 实验中使用的有机溶剂大多是易燃的。因此,着火是有机实验中常见的事故。防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能离得远些。易燃、易挥发物品不能放置在敞口容器中。盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源,数量较大的易燃有机溶剂应放在危险药品橱内。

回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放。否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低采用相应的加热方法。冷凝水要保持畅通,以免大量蒸气来不及冷凝溢出而造成火灾。

(2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时即具有较大的蒸气压。当空气中易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇有明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气都较空气的密度大,会沿着桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸中,更不能用开口容器盛放易燃溶剂。转移易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)时,整套装置切勿漏气,接收器支管应与橡胶管相连,使余气通往水槽或室外。

(3) 使用氢气、乙炔等易燃、易爆气体时,要保持室内空气畅通,严禁明火。并防止由于敲击、摩擦、电动机炭刷或电器开关等产生的火花。

(4) 若使用煤气,应经常检查煤气开关,并保持完好。煤气灯及其橡胶管在使用时也应

仔细检查。发现漏气应立即熄灭火源，打开窗户，用肥皂水检查漏气地方。如果不能自行解决，应急告有关单位马上抢修。

(5) 常压操作时，应使全套装置有一定的地方通向大气，严禁密闭体系操作。减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器，不能用锥形瓶，否则会发生炸裂。加压操作时（如高压釜、封管等）应经常注意釜内压力有无超过安全负荷，选用封管的玻管厚度是否适当、管壁是否均匀，并要有一定的防护措施。

(6) 有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心。存放药品时，应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开。

(7) 开启储有挥发性液体的瓶塞和安瓿时，必须先充分冷却再开启（开启安瓿时要用布包裹）。开启时瓶口必须指向无人处，以免由于液体喷溅而受到伤害。如遇瓶塞不易开启时，必须注意瓶内储物的性质，切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

(8) 有些实验可能生成有危险性的化合物，操作时要特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性，如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等，使用时必须严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃，久置后会生成易爆炸的过氧化物，必须经过特殊处理后才能使用。

(9) 有毒药品应认真操作，妥为保管，不许乱放。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发，并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须经过妥善而有效的处理，不准乱丢。

(10) 有些有毒物质会渗入皮肤，因此在接触固体或液体有毒物质时，必须戴橡胶手套，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随血液循环全身，严重者会造成中毒死亡事故。

(11) 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。并且实验开始后不要把头伸进橱内，器皿使用后应及时清洗。

(12) 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。实验后切断电源，再将连接电源的插头拔下。

1.5.2 实验室的偶发事故与急救处理

有机化学实验中，使用的药品种类繁多，多数属易燃、易挥发、毒性、腐蚀性物品，实验中又多采用电炉、酒精灯加热等手段，大大增加了实验的潜在危险性。若操作不慎，极易发生火灾、中毒、烧伤、爆炸、触电、漏水等事故。但如果做好防护措施，掌握正确的操作规程，以上诸事故均可完全避免。一旦遇到事故应立即采取适当措施并报告教师。

(1) 火灾 一旦发生了火灾，不要惊慌失措，应保持沉着镇静，并采取各种相应措施，以减少损失。首先，应立即切断电源，熄灭附近所有的火源，并移开附近的易燃物质。若是少量溶剂（几毫升）着火，可任其烧完。小火可用石棉布或湿布以及沙土盖熄。火较大时，应根据具体情况采取下列灭火器材。

① 二氧化碳灭火器：是有机实验室中最常用的一种灭火器，用以扑灭有机物及电器设备的着火。它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳。使用时打开开关，一手提灭火器，一手握在喷出二氧化碳的喇叭筒的把手上。若握在喇叭筒上，因喷出时压力骤然降低，温度也骤

降,易冻伤手。

② 泡沫灭火器:一般来说,因后处理比较麻烦,非大火通常不用。内装有发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液。使用时颠倒筒身,两种溶液即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝以及大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。

③ 四氯化碳灭火器:用以扑灭电器内或电器附近的火,但不能在狭小或通风不良的实验室中应用,因为四氯化碳在高温时生成剧毒的光气;此外,四氯化碳和金属钠接触也要发生爆炸。使用时只需连续抽动唧筒,四氯化碳即会由喷嘴喷出。

无论用何种灭火器,都应从火的四周开始向中心扑灭。

油浴和有机溶剂着火时绝对不能用水浇,因为这样反而会使火焰蔓延开来。

若衣服着火,不要奔跑,应该用厚的外衣包裹使之熄灭。较严重的应躺在地上(以免火焰烧向头部)用防火毯紧紧包住,直至火熄灭,或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。烧伤严重者应立即送医疗单位。

(2) 割伤 取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水洗后,涂以碘酒,用消毒纱布包扎,防止化学药品感染,并定期换药。大伤口则应先按紧主血管防止大量出血,急送医疗单位。

(3) 烫伤 轻伤涂些鞣酸油膏或香油,重伤涂以烫伤油膏后送医疗单位。

(4) 试剂灼伤 酸灼伤:立即用大量水洗,再用3%~5%的碳酸氢钠溶液洗,最后再用水洗。严重时要消毒,擦干后涂些烫伤药膏,或急救后送医疗单位。碱灼伤:立即用大量水洗,再以1%~2%硼酸溶液洗,最后用水洗。严重时同酸灼伤处理。溴灼伤:立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液,然后涂上鱼肝油软膏。钠灼伤:可见的小块用镊子移去,其余处理与碱灼伤相同。

(5) 中毒 溅入口中尚未咽下者应立即吐出,并用大量水冲洗口腔。已经吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医疗单位。

腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。无论酸或碱中毒都要再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物:先用牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(30g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部催吐,然后立即送医疗单位。

吸入气体中毒者,先将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴时,可用碳酸氢钠漱口。实验室应配备急救箱,里面应有以下物品。

① 绷带、纱布、棉花、创可贴、医用镊子、剪刀等。

② 凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等。

③ 乙酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%)、酒精、甘油等。

1.5.3 有机化学品的毒性及化学废弃物排放

常见的化学品对人体的健康或多或少是有害的,即使那些有香味的化合物接触或进入人体内过多也会产生有害的影响。一些含氮和稠环化合物毒性很大,即使吸入少量也可能致死。有些化学品长期接触甚至接触几分钟都有诱致肿瘤的可能。世界各国和国际组织已公布了一批毒性大的物质或禁用化合物的名单。而有些严重致癌物质没有列入名单。一些结果简单、缺少活性基团的化合物也不一定是安全的。因此,应该保持一个安全的实验环境,尽可