

北京大学化学基础实验教材系列

北京大学化学学院有机化学研究所 编

关焯第 李翠娟 葛树丰 修订

有机化学实验

第 2 版

北京大学出版社

PEKING UNIVERSITY PRESS

有机化学实验

(第2版)

北京大学化学学院有机化学研究所 编

关焯第 李翠娟 葛树丰 修订

北京大学出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/关焯第编著.—2版.—北京:北京大学出版社,2002.10
ISBN 7-301-05859-4

I.有... II.关... III.有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV.062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2002)第067296号

书 名: 有机化学实验(第2版)

著作责任者: 关焯第 李翠娟 葛树丰 修订

责任编辑: 赵学范

标准书号: ISBN 7-301-05859-4/O·0551

出版者: 北京大学出版社

地 址: 北京市海淀区中关村北京大学校内 100871

网 址: <http://cbs.pku.edu.cn>

电 话: 出版部 62754962 发行部 62754140 编辑部 62752021

电子信箱: zpup@pup.pku.edu.cn

排 版 者: 兴盛达打字服务社 62549189

印 刷 者: 中国科学院印刷厂

发 行 者: 北京大学出版社

经 销 者: 新华书店

787毫米×1092毫米 16开 21.75印张 150千字

2002年11月第1版 2002年11月第1次印刷

印 数: 0001~4000册

定 价: 30.00元

内 容 简 介

本书是按实验教科书的要求、专为实验课编写的教材,它是独立的而不附属于课堂讲授的内容。

全书近 55 万字,分成 6 章:有机化学实验的基本知识和操作(第 1 章);有机化合物的物理性质及其测定方法(第 2 章);有机化合物的分离和提纯(第 3 章),并在其中列入相应的练习实验;光谱法鉴定有机化合物结构(第 4 章);有机合成与制备(第 5 章);有机化合物的定性鉴定(第 6 章)。第 5 章中共列入 119 个实验,各类型反应均有反应机理、相关背景材料及相关文献资料的介绍,将其中有代表性实验组合成 21 个小量-半微量多步骤序列合成实验,在基础训练基础上可进一步提高学生的实验能力,培养学生有机合成设计与研究的能力。为满足研究应用的需要,全书在最后的附录中提供了 30 种特殊试剂与常用溶剂的纯化及使用方法和有机化学实验仪器及装置等相关知识的介绍。

本书可作为综合性大学、师范院校、工科院校的实验教材,也是化学化工专业工作人员及研究人员必备参考书。

致教师与读者——代序

几年前,我们把基础有机化学实验课改为一门独立的——而不是附属在课堂讲授的——课程。教师们都一致认为仅仅通过课堂讲授来培养学生的学习能力和思维方法,是很不全面的。多年来,我们看到不少学生对于实验课缺乏正确的认识,个别的还有轻视实验课的表现。目前的措施就是要纠正这种偏差,使学生了解并体会实验课的重要,能认真学习。

有机化学这门科学和其他科学一样,实验的结果是第一手的材料,课堂讲授是简明扼要地介绍从实验中总结或抽提出来的系统规律。因为在学习这门科学时,要自始至终贯穿这样一种学习方法:就是要在进行实验的同时,体会课堂讲授中的系统理论是如何逐步地由实验结果总结出来的。这样学习,首先是可以使学生多加思考,体验实验课的重要性;其次是对理论和实践的关系有一个明确的概念,这为他今后在科学工作的道路上,沿着正确的方向前进,是非常必要的。有机化学是研究有机分子的结构及其合成的科学,是对微观分子世界得出的一个正确认识,而这种认识是通过宏观的实验手段,经直接的观察和推理而得到的。也就是说,整个有机化学的发展是由宏观的观察来推论出一幅微观分子图案的过程,这是人类认识自然界的一项重大成就。现在作为一门课程学习,主要是训练学生的观察和推理的方法,如何由实验提供的素材,总结出系统的理论,为将来探索新的分子世界打下一个基础。假若对这二者的关系没有一个正确的认识,课堂讲授就变成一大堆材料的堆积,实验就成为类似烹调技巧的学习,失去实验课的主要作用,学生将所得甚少。

实验课的另一重要性是教师对学生全面了解的一个重要环节,因此实验室的导师对学生的评价,往往比课堂讲授教师更为全面,更为可靠。但多年以来,由于把实验课作为一门辅助课程看待,把这门课的评语看成是次要的。许多导师因此也就没有认真地对学生作总结和写评语,结果使这门重要课程的成绩流为形式。这种不正常的情况,只有在理解实验的作用后,才能得到改正。

本书是根据北大化学系多年来使用的资料,逐年进行了补充和删减编写而成的。它的一个特点是书中所有实验是根据现有具体条件,实验的代表性和新发展的要求而加以选择的。有个别实验,虽然编者意识到已经过时或有一定的危险性,但它们还被保留下来,这是因为它们还具有重要的代表性并且原料价格便宜,在国内很容易购买。例如对苯及硝基苯等的使用,由于它们具有毒性,就存在着争论,我们认为不能因为毒性的关系,而避免使用这一类最有代表性的化合物。应当在实验课程中,训练学习掌握使用毒物的规则和防御的方法,这样可以把中毒的机会减少到最低限度,同时也培养起敢于使用和不怕毒物的习惯,这对以后的工作,是有帮助的。

本书是全化学系各专业所使用的教材,因此对基本操作的实验,安排得较为全面,导师可根据实际的要求,适当选择基础操作和制备实验的数目。多年的经验告诉我们,实验失败但经重复而得到改进,这种收获是最深刻的。当然由于时间的限制,不可能作多次的重复,但是总的精神是:宁肯重复把实验的质量提高一点,而不是凑数目,多做几个达不到标准的实验。



1988.9

第 2 版前言

本书是北京大学化学系有机教研室编写的“有机化学实验”和关焯第等人编著的“小量-半微量有机化学实验”的合并修订。

北京大学化学学院本科基础有机化学实验课从 1990 年开始设立“小量-半微量序列有机合成”至今已十余年。经教学实践证明,设立以“小量-半微量”实验为主的有机合成训练能增强对学生的科研性实验的培养,较大地更新丰富教学内容,提高教学质量;此外,采用“小量-半微量的实验量”能减少污染,节约试剂量,提高实验效率,增加实验安全性。

随着微量反应技术在国内外基础实验教学中受到关注与重视,我们认为有机化学基础实验微量化必须把握三点:(i) 需保障有机反应的各种分离、提纯操作的规范化训练;(ii) 需保障学生借助微量化仪器所进行的有机反应,能正确地观察到反应过程中的物理化学变化;例如反应热效应、气-液相变化、颜色变化等等;(iii) 需保障目标分子的合成,对于初学者经有机反应后,通过提纯得到纯净化合物,最终得到具有纯净物质鉴定的合格数据,要使学生具有“纯度”的概念,才能真正认识有机化合物和有机反应,因此,所设计的反应原料量不能过分追求微量;所使用的仪器也不能过分地微小而丧失和忽略了对基本概念掌握和对基本操作的训练,否则将不利于学生的培养。

经过十余年的教学研究实践,绝大多数学生通过“小量-半微量序列合成实验”的训练,在观察推理、综合表达、实验基本操作、分析和解决问题、查阅有关资料等方面均有了长足的提高。

本书第 1~4 章内容是根据多年的教学经验以及在基础实验中的难点、学生出现的问题,在第 1 版的基础上针对性地进行了补充与修正,以力求对有机化合物的各种分离方法及其物理化学性质的理论背景给予深入浅出的讨论,使初学者易于理解和掌握各种操作和技能的要点及实质。

第 5 章以官能团为序共收入 119 个实验,并将其中一些有代表性的实验组合成 21 个小量-半微量多步骤序列有机合成,以提供学生实验作多种选择。

第 6 章保留但简化了原书中有机化合物的定性鉴定,目的是在近代分析与分离仪器迅速发展的情况下,尽管有机化合物的分析方法已经起了根本性的变化,但是,作为基本知识和实验技能,化学分析方法仍具有重要意义,它可在极方便的条件下,对疑难分析作出迅速判断,为仪器分析补充信息和证据。

实验内容选编原则,首先是注意到重要的、有代表性的典型有机反应和类型,兼顾到迅速发展的新试剂、新反应、新方法,例如羰基还原,有金属还原方法、金属氢化物的还原方法,还有具有区域选择性和反应专一性的酶催化下的羰基还原方法;醇的氧化列入 Jones's 试剂法,也介绍了可提高反应收率,减少污染的氯铬酸吡啶鎓盐(PCC)法,一个改进了的新方法;醛、酮的制备则有醇的氧化法、羟醛缩合法、安息香辅酶合成法、傅氏反应和 Fries 重排法以及格氏试剂与腈的加成方法等。

增加了杂环化合物和天然产物的合成是因为它们在自然界分布十分广泛,是有机化合物

中数目最庞大的一类,它们在生物的生长、发育、新陈代谢和遗传过程中都起着重要的作用。合成实验中均列举了近年来方法改进的文献,供学生查阅资料,以利于培养创新意识,对化合物具有的特殊生理活性、药用价值等也给予简单的介绍。

本书是北京大学化学与分子工程学院有机研究所多年教学、科研的经验积累,叶秀林教授、李良助教授、林尧教授等提供了科研实验的资料,林崇熙副教授提供教学过程中编写的文献介绍,在这里一并致以深切的谢意。

多年来,有机化学基础实验课的教学和教材的编写都得到中科院院士邢其毅教授悉心的关怀与支持,为学生和教师指出实验课的重要性并指出:“作为一门课程的学习,主要是训练学生的观察和推理的方法,如何由实验提供的素材,总结出系统的理论,为将来探索新的分子世界打下一个基础”。邢其毅教授对实验课的谆谆教诲使我们受益匪浅,也是本书编写的指导思想与宗旨。

感谢十余年来参加教学实践、部分教材编写以及部分实验探索的以下同事:田桂玲、袁晋芳、宋艳玲、眭云龙、徐东成、陈蓓、林崇熙、王能东、韩淑英、吕明泉。李明谦、叶宪曾教授对本书校样进行了审阅,提出了不少宝贵意见和修改建议,责任编辑赵学范编审对本书的稿样做了细致全面的加工,使本书得以顺利出版,对此致以衷心的感谢。限于编者的水平,本次修订仍会有不足之处,恳请读者批评指正。

编者
2002.8

第 1 版前言

有机化学实验的目的是使学生通过实验操作、现象观察、化合物制备、分离提纯到鉴定的过程,再经思考、总结、归纳形成对有机反应、化合物性质、结构直至在分子、原子水平上变化规律的认识(包括学生课堂知识),使这些认识在实验中反复检验,并得以升华。为此,本书在编写上力求以实验教科书为准则而不是单纯作为实验教材。

本书第 1~3 章是根据我们多年教学经验选择了理论上和实际上必要的有机化学基本知识和基本操作,并对之作了适宜的讨论。对操作步骤均给予详尽说明,指出学生容易出现的错误和问题。我们重视实验操作训练,但不认为它是教学的主要目的,而是我们完成有机化学研究必须应用的技巧和方法,换句话说,是使学生正确认识有机化学的手段。

合成实验编选原则是首先注意到重要的、有代表性的典型有机反应和类型,并兼顾到迅速发展的有机化学新理论、新反应、新试剂和新技术。这里,我们着重考虑那些经教学不断改进的合成方法以及近年来发展的新方法,例如除羧基化合物的缩合反应、烯胺反应、安息香缩合反应、Wittig 反应、Diels-Alder 反应、催化氢化反应等典型反应外,还安排光化学反应、有机活性中间体反应、相转移催化反应、安息香辅酶合成等。在有机化学研究中,相对于有机制备,分离鉴定往往是较为困难的,因而选择了一些包含常用分离技巧和样品纯化,鉴定的实验以及使学生有机会反复熟悉重要有机操作的实验,属于这方面内容有:多步骤药物合成序列、某些特写装置的制备反应、生物碱、植物色素的提取、外消旋化合物的拆分等,实验所涉及的化合物尽可能具有理论上、生理上、药用上或其他经济价值。

需要强调的是,近代仪器的发展给测定有机化合物结构提供了迅速、方便、准确获得结果的可能。通过仪器测定也使人们对反应机制理解得更加深刻,这已成为必须掌握的手段。我们在书中对红外和核磁的资料作了一定量的汇编。但是仪器分析不能代替化学方法,要有效解决问题必须把仪器的使用和化学方法相结合,所以我们也较系统地介绍了有机化合物和元素的化学定性鉴定方法。

养成学生良好的实验室工作习惯,培养实事求是的作风是我们贯穿全书的宗旨,如何使学生较独立和主动地进行实验,在教材内容和编写上如何启发学生内在积极性,引导学生深入思考,提高学生观察和推理的能力都是我们一贯努力探索与追求的。

目前教学中所进行的设计实验,同类型反应中,不同反应条件的比较实验……,均有利开发学生智慧。深信经不断改进,将会使实验教学更富有生气。

本书是有机教研室多年教学、科研的经验和材料的积累,经 1978~1981 年对高校理科有机实验大纲作了补充与修改,1982 年曾整理成铅印教材。本次编写是在有机教研室支持下完成的。邢其毅教授指导编写并审阅了初稿,提出了宝贵意见,使编者获益不浅。

参加本次编写的同志有:关焯第、王文江、葛树丰、眭云龙;参加部分工作的有阎坤凯、田桂玲、李翠娟、鲍春和、裴虎义、韩淑英、吕明泉。

在编写过程中,徐瑞秋、叶秀林教授给予热情指导,特此致以深切的谢意。由于编者水平有限,书中有不当之处恳请读者批评指正。

编者
1988.9

目 录

第 1 章 有机化学实验的基本知识和操作	(1)
1.1 实验事故的预防和处理	(1)
1.2 实验记录和实验报告	(3)
1.3 仪器的洗涤和干燥	(6)
1.4 低温制冷的应用	(7)
1.5 加热器具和常用设备	(7)
1.6 简单玻璃工操作	(12)
1.7 瓶塞的选用和打孔	(15)
1.8 有机化学文献简介	(15)
第 2 章 有机化合物的物理性质及其测定方法	(23)
2.1 熔点及其测定	(23)
2.2 沸点及其测定	(29)
2.3 折射率及其测定	(31)
2.4 旋光度及其测定	(36)
第 3 章 有机化合物的分离和提纯	(39)
3.1 重结晶	(39)
3.2 升华	(46)
3.3 常压蒸馏	(48)
3.4 减压蒸馏	(52)
3.5 水蒸气蒸馏	(58)
3.6 分馏	(62)
3.7 干燥和干燥剂	(68)
3.8 萃取	(71)
3.9 薄层色谱	(77)
3.10 柱色谱	(89)
3.11 纸色谱	(93)
3.12 气相色谱	(96)
第 4 章 光谱法鉴定有机化合物结构	(102)
4.1 红外光谱	(102)
4.2 核磁共振谱	(107)
第 5 章 有机合成与制备	(114)
5.1 多步合成方案举例	(114)
5.2 卤代烃	(125)
5.2.1 卤代烃的合成	(125)

实验 1	溴乙烷	(127)
实验 2	正溴丁烷	(127)
实验 3	溴代环戊烷	(128)
实验 4	1,2-二溴乙烷	(129)
实验 5	3-溴代环己烯	(130)
实验 6	三级氯丁烷的制备及其水解反应速率测定	(130)
实验 7	亲核试剂的亲核性能比较	(132)
5.2.2	卡宾反应	(134)
实验 8	7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷	(134)
5.3	烯烃和取代的碳碳双键化合物	(136)
实验 9	环己烯	(137)
实验 10	E,E-1,4-二苯基-1,3-丁二烯(简称 DPB)	(139)
实验 11	9,10-二氢蒽-9,10-内桥- α,β -丁二酸酐	(141)
实验 12	3,6-二苯基-4-环己烯二甲酸酐	(143)
实验 13	3,6-内氧桥-4-环己烯二甲酸酐	(144)
5.4	醇	(145)
实验 14	3-己醇	(147)
实验 15	2-甲基-2-己醇	(148)
实验 16	环戊醇	(149)
实验 17	二苯甲醇	(149)
5.5	醚	(150)
实验 18	苯乙醚	(151)
实验 19	二苯并-18-冠-6	(152)
实验 20	正丁醚	(152)
实验 21	安息香乙醚	(153)
5.6	醛、酮及其衍生物	(154)
实验 22	正丁醛	(156)
实验 23	环己酮	(157)
实验 24	二苯基乙二酮	(158)
实验 25	邻氯苯基环戊基酮	(159)
实验 26	安息香的辅酶合成	(160)
实验 27	苯乙酮	(163)
实验 28	二苯酮	(164)
实验 29	邻羟基苯乙酮	(165)
实验 30	辛烯醛	(165)
实验 31	肉桂醛	(167)
实验 32	4-苯基-3-丁烯-2-酮	(167)
实验 33	2-羟基查尔酮	(168)
实验 34	苯亚甲基苯乙酮	(168)

实验 35	1-苯基-3-(2-羟基苯基)-1,3-丙二酮	(169)
实验 36	4-(1,2-亚乙二氧基)环己酮	(169)
实验 37	4-(1,2-亚乙二氧基)庚二酸二乙酯	(170)
实验 38	4-苯基-2-丁酮	(170)
实验 39	4-苯基-2-丁酮亚硫酸氢钠加成物	(171)
实验 40	环己酮肟	(171)
5.7	羧酸及其衍生物	(172)
5.7.1	羧酸	(174)
实验 41	对硝基苯甲酸	(174)
实验 42	对氨基苯甲酸	(175)
实验 43	肉桂酸	(175)
实验 44	呋喃丙烯酸	(177)
实验 45	香豆素-3-羧酸	(178)
实验 46	呋喃甲酸和呋喃甲醇	(179)
实验 47	二苯基羟乙酸	(180)
实验 48	Z,E- α -苯基肉桂酸的合成与分离	(181)
实验 49	氯化肉桂酸	(182)
实验 50	扁桃酸	(185)
5.7.2	羧酸酯	(186)
实验 51	乙酸异戊酯	(186)
实验 52	对硝基苯甲酸乙酯	(187)
实验 53	对氨基苯甲酸乙酯(苯佐卡因)	(187)
实验 54	苯甲酸安息香酯	(189)
实验 55	苯甲酸(邻乙酰基)苯酚酯	(190)
实验 56	乙酰水杨酸	(190)
实验 57	(+)-(S)-3-羟基丁酸乙酯	(191)
实验 58	乙酰乙酸乙酯	(192)
实验 59	苯胺基乙酰乙酸乙酯	(194)
实验 60	4-庚酮二酸二乙酯	(195)
实验 61	4-(1,2-亚乙二氧基)环己酮-2-羧酸乙酯	(195)
实验 62	五乙酸葡萄糖酯	(196)
实验 63	乙酸苯酚酯	(197)
5.7.3	酰氯及磺酰氯	(197)
实验 64	邻氯苯甲酰氯	(197)
实验 65	对乙酰氨基苯磺酰氯	(198)
实验 66	对甲苯亚磺酰氯	(199)
5.7.4	酰胺及磺酰胺	(200)
实验 67	ϵ -己内酰胺	(200)
实验 68	聚己内酰胺	(200)

实验 69	乙酰苯胺	(201)
实验 70	对溴乙酰苯胺	(202)
实验 71	对甲基-N-乙酰苯胺	(204)
实验 72	氨基邻苯二酰肼	(204)
实验 73	对氨基苯磺酰胺(磺胺)	(206)
实验 74	磺胺吡啶	(207)
实验 75	磺胺噻唑	(208)
5.8	硝基化合物、胺、酚、醌及其衍生物	(208)
5.8.1	硝基化合物	(211)
实验 76	硝基苯	(211)
实验 77	邻、对位硝基苯酚	(213)
实验 78	4-甲基-2-硝基-N-乙酰苯胺	(214)
5.8.2	胺	(215)
实验 79	对甲苯胺	(215)
实验 80	偶氮苯	(216)
实验 81	偶氮苯的光异构化	(217)
实验 82	2-硝基对甲苯胺	(217)
实验 83	α -苯乙胺	(218)
实验 84	(\pm)- α -苯乙胺的拆分	(218)
实验 85	对氯甲苯	(220)
实验 86	甲基红	(222)
实验 87	偶氮化合物	(223)
5.8.3	酚	(223)
实验 88	从苯炔制备 α -萘酚	(223)
实验 89	双酚-S	(225)
5.8.4	醌	(226)
实验 90	1,2-萘醌	(226)
实验 91	4-吗啉基-1,2-萘醌	(226)
实验 92	2-甲氧基-1,4-萘醌	(227)
5.9	杂环化合物	(227)
5.9.1	五元杂环	(228)
实验 93	呋喃	(228)
实验 94	2,4-二甲基-3,5-二乙氧羰基吡咯	(229)
实验 95	2,4-二甲基-5-乙氧羰基吡咯-3-甲酸	(229)
实验 96	2,4-二甲基-5-乙氧羰基吡咯	(230)
实验 97	2,4,5-三苯基噁唑	(231)
实验 98	5,5-二苯基乙内酰脲	(231)
5.9.2	六元杂环	(233)
实验 99	2,6-二甲基-4-苄基-3,5-二乙氧羰基-1,4-二氢吡啶	(233)

实验 100	2,6-二甲基-3,5-二乙氧羰基吡啶	(233)
实验 101	巴比吐酸和硫代巴比吐酸	(234)
5.9.3	稠杂环	(235)
实验 102	喹啉	(235)
实验 103	6-甲基-8-硝基喹啉	(236)
5.10	氨基酸和多肽	(237)
实验 104	L-酪氨酸甲酯盐酸盐	(238)
实验 105	苄氧羰基丙氨酸	(239)
实验 106	苄氧羰基丙氨酰甘氨酰甘氨酸	(239)
实验 107	丙氨酰甘氨酰甘氨酸	(240)
5.11	天然产物的提取及制备	(240)
实验 108	从茶叶中提取咖啡因	(241)
实验 109	绿色植物色素的提取及色谱分离	(242)
实验 110	从麻黄草中提取麻黄碱	(244)
实验 111	薄荷酮	(245)
实验 112	(-)-(S)对甲苯亚磺酸(1R,2S,5R)薄荷醇酯	(247)
实验 113	对甲苯亚磺酸	(248)
实验 114	黄酮	(248)
实验 115	黄烷酮	(249)
5.12	金属有机化合物	(249)
实验 116	甲基锂	(249)
实验 117	正丁基锂	(250)
实验 118	二茂铁	(251)
实验 119	乙酰二茂铁和二乙酰二茂铁	(253)
第 6 章	有机化合物的定性鉴定	(257)
6.1	有机化合物的性质及鉴定	(257)
6.1.1	烯、炔的不饱和性质鉴定	(257)
6.1.2	卤代烷的性质试验	(259)
6.1.3	醇的性质鉴定	(260)
6.1.4	醛、酮的性质鉴定	(261)
6.1.5	酚的性质鉴定	(263)
6.1.6	胺的性质鉴定	(263)
6.1.7	羧酸衍生物的性质鉴定	(265)
6.1.8	糖的性质鉴定	(266)
6.2	衍生物的制备	(269)
附录	(273)
A.	有机化学实验规则	(273)
B.	有机化学实验仪器及装置	(273)
B.1	有机制备仪器	(273)

B.2	有机化学实验常用仪器的应用范围	(275)
B.3	有机化学实验仪器图示	(276)
B.4	有机化学实验装置图示	(278)
C.	化学中常见的英文缩写	(280)
D.	常用酸、碱溶液的相对密度及质量分数	(281)
D.1	盐酸	(281)
D.2	硫酸	(281)
D.3	醋酸	(282)
D.4	氢氧化铵	(282)
D.5	氢氧化钠	(282)
D.6	碳酸钠	(283)
D.7	氢氧化钾	(283)
D.8	常用的酸和碱	(283)
E.	其他数据表	(284)
E.1	常用希腊字母和读音	(284)
E.2	常用有机溶剂的沸点及相对密度	(284)
E.3	水蒸气压表	(284)
F.	常用溶剂和特殊试剂的纯化	(285)
G.	危险化学试剂的使用知识	(292)
	索引(实验 1~119)	(297)
	参考书目	(301)

第1章 有机化学实验的基本知识和操作

1.1 实验事故的预防和处理

有机化学实验所用药品种类繁多,多数易燃、易爆、剧毒和有腐蚀性,使用不当就有可能发生着火、中毒、烧伤、爆炸等事故。实验中所用仪器大部分是玻璃制品,加之燃气、电器设备等,增加了潜在危险性。但是,如有适当的预防措施,实验者又具有实验基本常识及注重安全操作,掌握正确操作规程,遵守有机实验规则,事故的发生是完全可以避免的。

1. 实验者进入实验室,首先要了解、熟悉实验室电闸、燃气开关、水开关及安全用具如灭火器、沙箱、石棉布等放置地点及使用方法。不得随意移动安全用具的位置。

2. 实验开始前,应仔细检查仪器有无破损,装置是否正确、稳妥。

3. 实验室常用的易燃溶剂如乙醇、乙醚、二硫化碳、石油醚、苯、甲苯、丙酮、乙酸乙酯以及其他易燃液体,切勿在敞口容器中加热,要根据溶剂性质采用正确加热方法。

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,当空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇有明火(甚至是因电器开关产生的火花,或由于静电摩擦、敲击引起火花)即发生爆炸,且有机溶剂蒸气较空气的密度大,会沿着桌面或地面飘移或沉积在低处,因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸中。实验室冰箱内不得存贮过量易燃有机溶剂,防止冰箱电火花引爆而发生大面积着火、爆炸。蒸馏易燃溶剂时,装置要防止易燃蒸气泄漏,接收器支管应与橡皮管相连,使余气顺水槽排出。需要时,在通风橱内操作。切记:加热易挥发液要远离明火和尽可能不用明火,这是防火最基本的原则,如必须用明火时,应注意选择适合的加热浴,根据反应液沸点的高低选择油浴、水浴、石棉网等。

4. 常压操作,仪器装置中需有通向大气的装置,切不可加热密闭系统,否则会使体系压力增加而导致爆炸。

5. 一旦发生着火事故,不要惊慌失措,首先应立即关闭燃气,拉下电闸,切断电源,迅速移去着火现场周围的易燃物。通常不用水扑灭,防止化合物遇水发生反应引起更大事故。仪器内溶剂着火时,最好用大块石棉布将火盖熄,严防用沙土救火,以免打破玻璃仪器,造成火势更大范围蔓延。小火可用湿布或石棉布盖熄,如着火面积大,应根据具体情况采用以下灭火器材:

(1) 二氧化碳灭火器

有机实验室常用的一种灭火器,钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体即会喷出,用以扑灭有机物及电器设备的着火,使用时正确操作的方法是,一手提灭火器,另一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上,不可将手握在喇叭筒上,因随着二氧化碳的喷出,压力骤然降低,温度也骤降,手握在喇叭筒上会冻伤。

(2) 四氯化碳灭火器

用以扑灭电器内或电器附近着火,由于四氯化碳灭火在高温时会产生剧毒的光气因而不宜在狭小和通风不良的实验室中应用;有金属钠存在时,由于四氯化碳与金属钠反应会引起爆炸,而不宜用。使用该灭火器时只需连续抽动唧筒,四氯化碳即会由喷嘴喷出。

无论使用何种灭火器,皆应从着火的四周开始向中心扑灭。

如果衣服着火,切勿惊慌乱跑,引起火焰扩大,应迅速脱下衣服将火扑灭,或用厚外衣、石棉布裹紧,使火熄灭。严重者应立即躺在地上(以免火焰烧向头部)打滚将火闷熄,或就近打开自来水龙头用水扑灭。

6. 触及有腐蚀性化学药品(强酸,强碱,溴,……)均可使皮肤烧伤,应根据以下不同情况分别给予处理,严重者应立即送医院治疗。

(1) 浓酸烧伤

立即用大量水冲洗,然后用3%~5%碳酸氢钠溶液洗,并涂烫伤油膏。

(2) 浓碱烧伤

立即用大量水冲洗,再以1%~2%硼酸溶液洗涤,最后再用水洗,涂以油膏。

(3) 溴烧伤

溴引起的灼伤特别严重,应立即用大量水冲洗后,再用酒精擦洗至无溴液,然后再涂以鱼肝油软膏。

7. 实验进行过程中,必须戴好防护眼镜,切勿将腐蚀性药品或灼热溶剂及药物溅入眼睛,在量取化学药品时应将量筒置于实验台上,慢慢加入液体,不要接近眼睛。一旦溅入应立刻用大量水冲洗并及时送医院治疗。

8. 割伤是实验室中经常发生的事故。常在拉制玻璃管或安装仪器时发生。当割伤时,首先应检查伤口处有无玻璃屑,如有,要将其取出,再用水洗净伤口,涂以碘酒或红汞药水,用纱布包扎,不要使伤口接触化学药品引起中毒。

9. 使用有毒药品(如苯、硝基苯、联苯胺、亚硝基化合物等)和有腐蚀性药品时,要带胶皮手套和防护眼镜。对挥发性有毒药品,使用时一定要在通风橱内操作。任何药物不能用口尝!!!(有关事项,见附表)

10. 使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿的手或手握湿物接触电插头。为防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线,实验结束,应先关仪器电源开关,再拔下插头。如万一发生触电,应立即切断电源或用非导电物使触电者脱离电源,然后对触电者实施人工呼吸并立即送医院抢救。

11. 中毒

化学品溅入口中应立即用大量水冲洗口腔。如误吞化学品,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医院。

(1) 腐蚀性的毒物

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。不论酸或碱中毒皆应灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

(2) 具有刺激神经性的毒物

先大量饮用牛奶或鸡蛋蛋白使之立即冲淡和缓解,再用一大匙硫酸镁(约30g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,立即送医院。

吸入具毒气体中毒者,立即将中毒者移至室外,解开衣领及钮扣,根据吸入中毒气体类别给予处理,例如:吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

为处理事故需要,实验室应有急救箱,必备以下一些物品:

(1) 绷带、纱布、脱脂棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

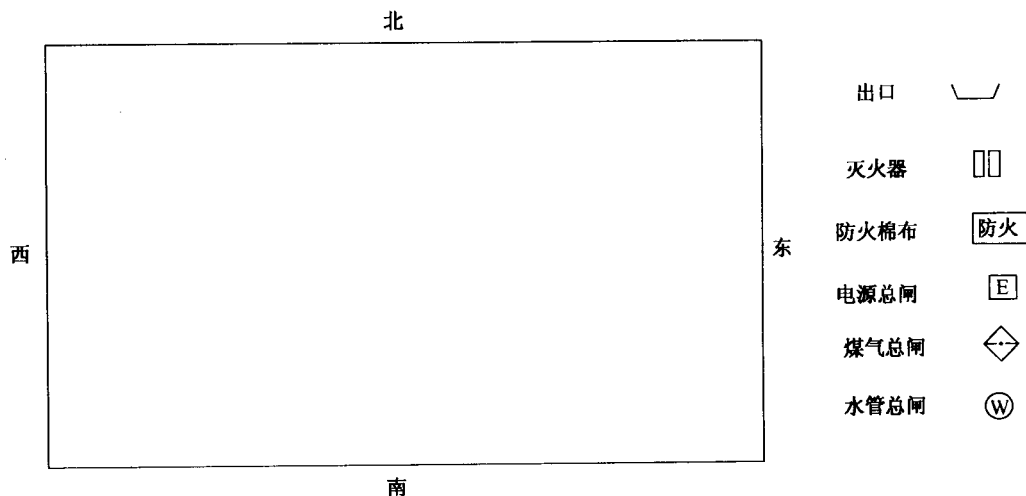
(2) 凡士林、创可贴、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等。

(3) 醋酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%及饱和)、医用酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

12. 实验室安全测验

安全实验对每个人是至关重要的,进入实验室的操作者必须具备安全装置的知识 and 预防实验事故发生知识。为此,请在开始实验前阅读本书第1章内容,并回答下列问题:

(1) 请利用所提供的符号,在以下方框内画出你所在实验室简图(指明实验室出口、灭火器位置,防火石棉布位置、电源总闸、燃气总闸、水管总闸门)。



(2) 在实验室做有机实验过程中,最需要保护身体的哪些部分?如何保护?

(3) 如果不慎将溴溅在你的手上?你首先应做什么?其次做什么?再其次做什么?

(4) 如果有有机溶剂在搅拌过程中溅入你的眼睛,你首先应做什么?其次做什么?再其次呢?

(5) 如果实验过程中,锥形瓶中5 mL 残留溶剂不慎着火,你采取什么办法灭火?

(6) 如果你正在用燃气灯蒸馏50 mL 乙醇,但不慎将盛乙醇烧瓶碰破而引发实验台面着火,你应该怎么扑灭火?

1.2 实验记录和实验报告

1. 预习和实验记录

实验前应对本次实验的目的、要求和试剂及产物的物理化学性质等进行全面的预习,以便对整个实验内容做到心中有数,并将预习结果写在实验记录本上。若不经准备,“照方抓药”,则实验达不到预期结果。

预习记录应该是实验记录的一部分,是研究实验内容和书写实验报告的依据,在实验开始前可参考以下项目做实验预习报告。

(1) 实验名称,实验目的和要求,反应式(正反应和主要副反应)。

(2) 试剂及产品的物理化学常数(相对分子质量、性状、折射率、密度、熔点、沸点及溶解