

21 世纪应用型高等院校示范性实验教材



基础化学实验

有机化学部分

主 编 杨高文

Experiments of
Fundamental Chemistry



南京大学出版社

21世纪应用型高等院校示范性实验教材
常熟理工学院教材基金资助出版

基础化学实验

有机化学部分

主 编 杨高文

参编人员 柴 文 曾小君 杨 捷
程洪见 胡丽华

 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验(有机化学部分) / 杨高文主编. — 南京: 南京大学出版社, 2010. 12

ISBN 978-7-305-07911-5

I. ①基… II. ①杨… III. ①化学实验—高等学校—教材 ②有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 239900 号

出版者 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮 编 210093
网 址 <http://www.NjupCo.com>
出版人 左 健
丛 书 名 21 世纪应用型高等院校示范性实验教材
书 名 基础化学实验(有机化学部分)
主 编 杨高文
责任编辑 蔡文彬 编辑热线 025-83686531
照 排 南京南琳图文制作有限公司
印 刷 丹阳市教育印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 17.75 字数 443 千
版 次 2010 年 12 月第 1 版 2010 年 12 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-07911-5
定 价 32.00 元
发行热线 025-83594756
电子邮箱 Press@NjupCo.com
Sales@NjupCo.com(市场部)

* 版权所有, 侵权必究

* 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购
图书销售部门联系调换

前 言

化学本质上是一门实验科学,化学实验是培养学生创新意识和创新能力、引导学生确立正确科学思维和科学方法、提高学生科学素质的重要手段。以实验为手段培养学生的实践能力和创新精神是化学教学最显著的特点。

基础化学实验是大学生进入大学后接受系统实验方法和实验技能训练的开端,学生通过实验思想、方法、手段以及综合实验技能训练,学会科学的方法和思维,从而具有自学能力和解决问题的能力。教材是教学环节中重要的一环,是教师实现优秀教学之本。为此,本着深化实验教学改革、突出实验教学特色、着力培育打造精品的原则,我们根据教育部化学专业、应用化学专业、生物化学专业和化工、食品、材料类等相关专业实验教学的基本要求与内容,结合高校各类不同专业有机化学实验教学改革的多年实践,在江苏省基础化学实验示范中心建设成果的基础上编写了本教材。本教材力求做到“夯实基础、旨在创新”,体现学科发展的新技术与新方法,以满足更多专业高素质创新人才培养的需求。

本书采用了新的实验模块体系,按基本操作、基础实验、综合实验、设计和研究与应用型实验模块编排,内容包括有机化学实验基础知识介绍、有机化学实验基本操作技术、基本操作实验、基础型实验——有机化合物的制备、绿色有机合成和天然有机产物的提取与分离实验、提高性与应用型实验以及附录等七个部分。既注重学生实验技能的训练、基本理论的掌握,又注重学生实验能力、分析解决问题能力及创新能力的培养。实验内容由认知层次→应用层次→创新层次,实验类型由基础实验→综合实验→设计研究实验,实验方式由必做实验→开放实验,形成了一个有机完整的实验教学新体系。

本书以经典的、有代表性的有机化学反应为主线,按照“科学性、先进性、实用性、趣味性、绿色化”的原则选编了近80个实验项目。考虑到实验单独设课和

实验课超前理论课的可能性,教材对知识背景、基本原理的介绍、实验步骤的表述和注释尽量详尽,并列有具有启发性的思考题。在有机化合物的制备章节中介绍了各类有机物的一般制备方法与合成路线,有利于学生掌握不同类型有机物制备的区别与联系。

尽管基础化学实验在低年级开设,学生的知识基础和学习能力还比较薄弱,但我们仍然重视教学内容适当反映科学研究的新成果、新方法和新技术。如微波法制备二苯醚、在离子液体中合成查尔酮、微波辐射下阳离子交换树脂催化合成1-萘乙酸甲酯、相转移催化法制备二茂铁、5-氨基四唑-1-乙酸及Cu(II)配合物合成与表征等实验内容都是根据近年来研究的新成果、新方法和新技术编著而成的,能使学生早日了解和接触一些新的研究领域、新的实验方法、新的实验手段及实验仪器,拓宽学生的知识面。

本书由常熟理工学院化学与材料工程学院杨高文、柴文、曾小君、杨捷、程洪见老师以及苏州大学材料与化学化工学部胡丽华老师合作编写。杨高文教授定稿主编。袁荣鑫、李巧云、徐肖邢等几位教授对此书的编写一直非常关心,提出了很多宝贵的纲领性、建设性意见。本书的编写过程中得到了常熟理工学院教务处、化学与材料工程学院和江苏省化学基础实验示范中心的支持、指导和关心,在此表示衷心的感谢。本书的编写参考了兄弟院校已出版的教材,谨表谢意。

本教材选编的实验,充分考虑了不同层次和不同专业的教学需要。可以根据不同的教学对象选择不同的教学内容,作为高等学校化学、应用化学、化工类、材料类、生物食品类、农学、医学、药学、环境类专业有机化学实验的教材或教学参考书。

限于编者水平,书中疏漏、错误之处在所难免,敬请有关专家和广大师生指正。

编 者

2010年10月

目 录

第一章 有机化学实验基础知识介绍	1
§ 1.1 有机化学实验课程介绍	1
1.1.1 有机化学实验课程的性质和地位	1
1.1.2 有机化学实验课程的教学目的和任务	1
1.1.3 有机化学实验课程的特点	1
1.1.4 有机化学实验课程的主要内容	2
§ 1.2 有机化学实验室规则与安全知识	4
1.2.1 有机化学实验室规则	4
1.2.2 实验室安全知识	5
§ 1.3 有机化学实验的预习、记录和实验报告的基本要求	8
1.3.1 实验前务必做好预习	8
1.3.2 在实验过程中要认真记录	9
1.3.3 实验报告的整理	9
§ 1.4 有机化学实验的常用装置和仪器	10
1.4.1 有机化学实验常用的玻璃仪器	10
1.4.2 有机化学实验常用金属用具	12
1.4.3 有机化学实验中的常用装置	12
1.4.4 有机化学实验中常用装置的安装方法	15
1.4.5 有机化学实验常用其他仪器	15
§ 1.5 有机化学实验室常用手册和辞典	17
1.5.1 手册	17
1.5.2 辞典	18
1.5.3 《默克索引》化学药品和药物百科全书	18
第二章 有机化学实验基本技术	19
§ 2.1 仪器的清洗、干燥和塞子的配置	19
2.1.1 仪器的清洗	19
2.1.2 仪器的干燥	19
2.1.3 塞子的配置	19
§ 2.2 加热与冷却	20
2.2.1 加热	20
2.2.2 冷却	21

§ 2.3 干燥与干燥剂	22
2.3.1 气体的干燥	23
2.3.2 液体的干燥	23
2.3.3 固体的干燥	26
§ 2.4 有机化学实验中的无水无氧操作	27
2.4.1 惰性气体的纯化	28
2.4.2 溶剂处理	28
2.4.3 试剂的取用和转移	29
2.4.4 惰性气氛下进行反应的技术	29
2.4.5 惰性气氛下进行分离纯化的技术	30
§ 2.5 过滤	31
2.5.1 过滤介质	31
2.5.2 减压过滤	32
2.5.3 热过滤	34
§ 2.6 有机溶剂的选择与应用	35
2.6.1 溶剂的定义	35
2.6.2 溶解现象	35
2.6.3 溶剂的溶解能力判断	36
2.6.4 有机溶剂的分类	36
2.6.5 溶剂的主要性质与选择	37
2.6.6 溶剂的纯化与精制	40
2.6.7 溶剂的毒性与分类	42
2.6.8 溶剂的应用	43
§ 2.7 有机化合物的色谱分析	43
2.7.1 气相色谱	44
2.7.2 高效液相色谱	46
§ 2.8 有机化合物的波谱分析	48
2.8.1 红外光谱	48
2.8.2 核磁共振氢谱	54
第三章 基本操作实验	58
实验1 毛细管法测定固体有机物的熔点及温度计的校正	58
实验2 蒸馏和沸点的测定	61
实验3 分 馏	65
实验4 水蒸气蒸馏	71
实验5 减压蒸馏	75
实验6 萃取和洗涤	79
实验7 重结晶	85
实验8 液态有机化合物折光率的测定	89

实验 9 有机化合物旋光度的测定	92
实验 10 色谱分离技术	97
实验 11 升 华	104
第四章 基础型实验——有机化合物的制备与分离	107
§ 4.1 有机溶剂的纯化	107
实验 12 无水乙醇和绝对乙醇的制备	107
§ 4.2 烃和卤代烃的一般制备方法	108
实验 13 环己烯的制备	109
实验 14 反-1,2-二苯乙烯的制备	111
实验 15 溴乙烷的制备	113
实验 16 1-溴丁烷的制备	114
实验 17 叔丁基氯的制备	116
实验 18 对二叔丁基苯的制备	117
实验 19 3-溴环己烯的制备	119
§ 4.3 醇、醚的一般制备方法	121
实验 20 1-苯乙醇的制备——酮的还原	123
实验 21 二苯甲醇的制备	125
实验 22 三苯甲醇的制备——酮与格氏试剂加成、水解	126
实验 23 2-甲基-2-己醇的制备	129
实验 24 乙醚的制备	131
实验 25 正丁醚的制备	134
实验 26 微波法制备二苯醚	136
实验 27 β -萘乙醚的制备	137
§ 4.4 醛和酮制备的一般方法	139
实验 28 环己酮的制备	139
实验 29 苯乙酮的制备	142
实验 30 2-庚酮的制备	144
实验 31 二苯羟乙酮(安息香)的制备	146
实验 32 苯亚甲基苯乙酮(查尔酮)的制备	149
§ 4.5 羧酸及其衍生物制备的一般方法	151
实验 33 己二酸的制备	153
实验 34 肉桂酸的制备	155
实验 35 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	157
实验 36 香豆素-3-羧酸的 Knoevenagel 制备	159
实验 37 对硝基苯甲酸的制备	161
实验 38 乙酸乙酯的制备	162
实验 39 乙酸正丁酯的制备	164
实验 40 苯甲酸乙酯的制备	166

实验 41 乙酰乙酸乙酯的制备	168
实验 42 解热镇痛药——乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备与结构鉴定	171
§ 4.6 含氮化合物制备的一般方法	173
实验 43 苯胺的制备	174
实验 44 乙酰苯胺的制备	176
实验 45 己内酰胺的制备	178
实验 46 甲基橙的制备	180
§ 4.7 Diels-Alder 反应合成环状化合物	182
实验 47 Diels-Alder 反应制备内次甲基四氢苯二甲酸酐	183
§ 4.8 杂环化合物制备的一般方法	185
实验 48 8-羟基喹啉化合物的 Skraup 制备和结构鉴定	186
实验 49 杂环化合物 3,4-二氢嘧啶-2-酮的合成	189
实验 50 巴比妥酸的合成与鉴定	191
实验 51 硝苯地平(药物心痛定)的制备	193
第五章 绿色有机合成和天然有机产物的提取与分离实验	195
§ 5.1 绿色有机合成	195
实验 52 室温离子液体(1-甲基-3-丁基咪唑溴盐)的制备	199
实验 53 在离子液体中合成查尔酮	200
实验 54 离子液体相转移催化合成丙酸苄酯	202
实验 55 微波辐射法合成苯基苄基砜	204
实验 56 微波辐射下阳离子交换树脂催化合成 1-苯乙酸甲酯	205
实验 57 (+)-(S)-3-羟基丁酸乙酯的生物催化合成	207
§ 5.2 天然有机产物的提取与分离	208
实验 58 绿色植物中天然色素的提取与薄层层析分离	208
实验 59 橙皮中挥发油——柠檬油的提取与色谱分析	211
实验 60 从茶叶中提取咖啡因	213
实验 61 牛奶中乳糖的分离和鉴定	215
实验 62 黄连中黄连素的提取分离和鉴定	216
第六章 提高性与应用型实验	219
§ 6.1 提高性实验	219
实验 63 相转移催化法制备二茂铁	219
实验 64 乙酰二茂铁的制备	221
实验 65 相转移催化卡宾反应制备苦杏仁酸	223
实验 66 外消旋 α -苯乙胺的合成及拆分	225
实验 67 植物生长调节剂——2,4-二氯苯氧乙酸的合成	228
实验 68 5-丁基巴比妥酸的制备(丙二酸酯合成法)	231
实验 69 5-氨基四唑-1-乙酸及 $\text{Cu}(\text{II})$ 配合物合成与表征	232

§ 6.2 应用型实验	235
实验 70 维生素 K ₃ 的制备	235
实验 71 驱蚊剂 N,N-二乙基间甲基苯甲酰胺的合成	237
实验 72 表面活性剂十二烷基硫酸钠的合成与应用	240
实验 73 肥皂的制备	241
实验 74 磺胺类药物——对氨基苯磺酰胺的制备	242
实验 75 聚乙烯醇缩甲醛啤酒瓶商标胶的制备和贴标试验	245
实验 76 聚醋酸乙烯酯乳液(白乳胶)的制备和胶合试验	247
实验 77 高分子絮凝剂的制备及废水处理试验	249
实验 78 环保固体酒精生产工艺和燃烧试验	252
附 录	255
附录 1 常用元素相对原子质量表	255
附录 2 常用有机溶剂的物理常数	255
附录 3 常用有机溶剂的纯化	256
附录 4 常用有机试剂的配制	261
附录 5 部分共沸混合物的性质	263
附录 6 常用酸碱溶液相对密度及组成	264
附录 7 常用易燃、易爆、有毒化学药品	267
附录 8 常见英文缩略语	269
参考文献	273

第一章 有机化学实验基础知识介绍

§ 1.1 有机化学实验课程介绍

1.1.1 有机化学实验课程的性质和地位

在传统的课程结构体系中,有机化学实验归属于二级学科——有机化学。而随着化学学科的深入发展,在学科继续分化的同时,又出现了学科之间和学科之内的综合趋势。现代化学发展中“理论化学”和“实验化学”的特征已经十分明显。从现代化学发展的特征和趋势审视传统的化学实验课,有机化学实验不应再从属于二级学科有机化学,而应该是一级化学学科基础上的化学实验课程体系的一个构成要素。如果对有机化学实验课进行重新定义,有机化学实验课应该是一门以有机物和有机化学反应为实验对象,应用实验技术理论和方法解决和分析化学实际问题的化学实验课。从二级学科的角度分析,有机化学实验是学习有机化学的另一种途径和方法;从一级学科角度分析,有机化学实验是基础化学实验的一个部分。其教学应以理论有机化学为基础,以有机物和有机化学反应为实验对象,以掌握和学习实验技术理论和方法并以此为指导解决化学实际问题为教学目的。因此,有机化学实验是基础化学实验教学的组成部分,它既不隶属于理论有机化学课,也不能为理论有机化学课所替代,与理论有机化学课是平等相对、相辅相成的关系。

1.1.2 有机化学实验课程的教学目的和任务

有机化学实验的教学目的是依据不同专业人才的培养要求,使学生具备必要的解决有机化学实际问题的基本技能和素质,为专业课和专业技能的继续学习和深造奠定基础。因此,有机化学实验的主要教学任务是:① 使学生掌握必要的解决有机化学问题的基本技术理论、技术方法和实验技能;② 通过有机化学实验课程的学习,巩固和促进理论有机化学的学习;③ 养成良好的科学实验习惯,锻炼和培养学生的科学素质和能力。

1.1.3 有机化学实验课程的特点

有机化学实验中所学习的实验技术理论和知识,仅仅是基础化学实验技术理论和方法在有机化学分支学科中的具体应用。由于其使用的对象主要是有机化合物,所以又使有机化学实验具有和其他化学实验明显不同的特点。

1. 有机化学制备实验的特点

有机化学实验研究的对象主要是有机化合物。有机化合物的性质与无机化合物和分子化合物不同,有机化合物的反应也与无机化合物的反应特点迥然不同,如反应时间长、副产物多、产率低、反应条件要求严格等,这些特点也就是有机化学制备实验的特点。

2. 有机化合物分离纯化和结构鉴定实验的特点

尽管有机物的构成元素种类很少,但由于同分异构现象和同系物的存在,使得有机物的结构十分复杂和多样。物质之间的分离纯化和鉴别主要根据组分之间的结构和性质上的差异。同系物和同分异构体之间,由于结构的相似性和相近性,其理化性质差异很小。因此这样的有机物之间的分离纯化和结构鉴别十分复杂和困难,常常成为实验成败的关键。

通常情况下,对于结构和性质上差别较大的有机物的分离纯化,可以考虑采用蒸馏、萃取、升华、重结晶、过滤等经典实验技术。对于结构性性质相近、很难用经典技术分离的有机物,则要依靠色谱和电泳等近代化学技术才能达到较好的分离纯化效果。而且大多数情况下只采用一种方法很难达到满意的分离纯化效果,还需要综合运用这些实验技术。

鉴于有机物结构层次的多样性,以及结构间的相似性和复杂性,有机物的结构鉴定和鉴别也十分困难和复杂。不但要依据元素分析、物理常数测定和化学性质鉴别,还要综合运用色谱分析、质谱分析和光学分析等多种近现代技术,才能最终得到比较确切的实验结论。对于蛋白质、核酸、多糖等生物大分子以及超分子有机化合物,其结构层次更加多样和复杂,而且其结构与功能密切相关。因此,这些物质的结构分析更具挑战性,在医学和生物学领域更加重要。

可见,各种分离纯化技术和结构鉴定技术在有机化学实验中都有十分广泛和深入的具体应用,是有机化学实验中十分重要的教学内容。

3. 有机化学实验环境和实验条件的特点

有机化学反应存在着速度缓慢、历程复杂、副产物多等特点,大多数有机物又具有沸点低、易挥发、易燃易爆等特性,有机物的化学性质也易受光、热、磁、空气、微生物等外界因素的影响而发生变化。因此,有机化学实验的环境和条件常需要进行严格的操控,才能保证实验的正常进行。与无机化学实验相比,其明显特点是:① 实验条件和环境的控制要求更加严格,否则很容易导致实验的失败;② 出于对实验的各种控制,实验反应的装置更加复杂;③ 用到的实验设备和仪器更多;④ 要随时注意实验安全和环保问题。

1.1.4 有机化学实验课程的主要内容

1. 有机物的获取和创造

有机化学实验以有机物为主要研究对象,有机化合物也是有机化学实验的物质基础。有机化合物的获取是有机化学实验的主要内容之一。有机物的获取有两个主要途径:一是从自然界中的有机材料中分离得到;二是通过化学技术合成创造。生物合成具有一定的定向性和方向性,但生物体内的化学反应十分复杂和微妙,很难人为控制。因此,生物技术的人为控制和化学合成技术的发展是有机化学学科的一个重要方向和标志。

2. 有机物的性质和有机化学反应

要研究有机化合物,就必须掌握其性质和化学反应规律。有机物的性质常因其特征结构的不同而不同,也会因为结构特点的多样性共存而存在多种化学特性。因此正确理解和掌握化合物的结构及其性质是研究有机化合物所必须具备的前提。这些内容常常是理论有机化学的主要内容。离开有机化学理论教学的基础内容,有机化学实验也是不可想象的。对这些性质的发现和掌握也只有通过实验才能得以实现和确认。因而研究和控制有机化合物的性质和化学反应是有机化学实验的重要内容之一。

有机物性质和化学反应的主要特点是：① 有机化合物的极性整体上都小于无机物，有机物之间很小的极性差异常常会引起其性质和行为上的较大变化，因此，有机物的性质与选择的溶剂体系有着十分密切的关系；② 有机物的性质多样，化学反应常多方向共存，常常因反应环境和条件的不同而不同，因此化学反应的产物常为混合物，合成产率一般较低；③ 有机化学反应大多数速度缓慢，一般需要较长的反应时间；④ 大多数有机化合物易燃、易爆、易挥发，因此其实验安全问题尤为重要。

3. 有机物的分离和纯化

化学合成或从天然材料提取的有机物，都是有机物的混合体，因此有机化学实验中经常需要使用各种分离纯化技术对有机物进行分离纯化，因而分离纯化也就成为有机化学实验中的一项重要内容。分离纯化的理论和实验技术在有机化学实验中占有相当重要的地位，应重点掌握和学习。

有机物的分离具有非常明显的特点：① 大量的有机物存在异构体和同系物的问题，异构体和同系物之间的性质差别并不显著，因此对其进行分离和纯化十分关键和困难，常常要求特别精细；② 有机物的稳定性一般比较差，因此在分离纯化过程中很容易被破坏，分离纯化条件的选择和控制相当重要；③ 任何分离纯化技术都是利用组分之间的差异，所以有机物之间的任何结构和性质上的差异都可以作为分离的依据。因此，分离纯化技术不仅涉及化学技术，还与物理、机械、数学、电子、生物等其他学科的技术密切相关，尤其是近现代的色谱分离纯化技术。

常用的有机物分离纯化技术主要有以下几类：① 用于分离纯化固体或固-液有机混合物的重结晶和过滤技术、膜分离技术、升华技术、沉淀和离心技术等；② 用于液体有机物分离纯化的蒸馏技术、萃取技术等；③ 用于精细分离纯化的色谱和电泳技术。

有关分离纯化技术的详细内容可参见有关化学实验技术教程。

4. 有机物的结构分析和结构确证

有机物结构的复杂多变和结构层次的多样性，正是有机物化学组成简单而其性质和生物学功能多样性的根本原因。有机物的结构变化异常丰富，尤其是其空间结构的变化更是丰富多彩。结构是化学性质的决定性因素，不同的结构，常常有着不同的性质和生物功能，而相似的结构具有相近的性质。因此，研究有机化合物的结构显得十分重要而又富有挑战性。有机化合物的结构分析和确证是有机化学实验的另一个重要任务和内容。由于具有相同的官能团和类似结构的化合物，具有极为相近的性质和外部特征，因此区分结构相近的有机物系会比较困难。

有机物的结构研究主要有两个方面：一方面是理论上的结构分析，即运用结构化学的研究理论和方法，如原子轨道理论、电子轨道理论、分子轨道理论、电子效应、空间效应、立体化学等，阐述有机物的结构特征和本质；另一方面是从实验角度鉴定和表征有机物的结构，以确证有机物。有机物的结构千差万别，尤其是有机物的立体结构和空间构象更加多变和复杂，因此，有机物的结构表征和确证十分繁杂和艰难，常常要借助于化学和非化学的手段和技术进行综合分析和推断，尤其要依靠紫外光谱、红外光谱、拉曼光谱、核磁共振谱、X射线衍射法、旋光法、圆二色谱法等各种光学分析法和质谱等现代分析技术。关于有机物的结构鉴定与表征技术的详细内容见有关化学实验技术教程。

5. 有机物的开发和利用

研究有机物的最终目的是为人类的发展和进步做出贡献,为人类认识世界和改造世界做出贡献。因此,有机物的开发和利用是有机化学实验的一个主要目的和任务。如对生命物质的研究可以揭示生命的本质,从而为人类和生物体的发展提供技术支持和可靠保障。有机化合物的获取和创造可以为人类的生存提供大量的物质基础和条件,满足人类生存和发展的需要。

§ 1.2 有机化学实验室规则与安全知识

1.2.1 有机化学实验室规则

安全实验是实验的基本要求。在实验前,学生必须学习有机化学实验的一般知识及危险化学品药品的使用与保存,了解实验室的安全及一些常用仪器设备,在进行每个实验以前还必须认真预习有关实验内容,明确实验的目的和要求,了解实验的基本原理、内容和方法,写好实验预习报告,知道所用药品和试剂的毒性和其他性质,牢记操作中的注意事项,安排好当天的实验。

在实验过程中应养成细心观察和及时记录的良好习惯,凡实验所用物料的质量、体积以及观察到的现象和温度等所有数据,都应立即如实地填写在记录本中。记录本应顺序编号,不得撕页缺号。实验完成后,应计算产率,然后将记录本和盛有产物、贴好标签的样品瓶交给教师核查。

实验台面应该保持清洁和干燥,不是立即要用的仪器,应保存在实验柜内,需要放在台面上待用的仪器,也应放得整齐有序,使用过的仪器应及时洗净。所有废弃的固体和滤纸等应丢入废物缸内,绝不能丢入水槽或下水道,以免堵塞。有异臭或有毒物质的操作必须在通风橱内进行。

为保证实验课顺利进行,使学生养成良好的实验室工作作风,要求学生遵守以下有机化学实验室规则。

实验室规则

- (1) 在实验室内戴好防护眼镜,备齐实验记录本及与实验有关的其他用品。
- (2) 课前必须认真预习,写好预习笔记,参照预习笔记进行实验操作。教师认真检查每个学生的预习情况。
- (3) 在实验过程中及时、认真记录,实验结束后要经教师审阅、签字。
- (4) 遵从教师的指导,注意安全,严格按照操作规程和实验步骤进行实验。发生意外事故时,要镇静,及时采取应急措施,并立即报告指导教师。
- (5) 爱护仪器,节约药品,取完药品要盖好瓶盖。仪器损坏应及时报损。实验中发生错误,必须报告教师,作出恰当处理。
- (6) 遵守课堂纪律,不得旷课、迟到。实验室内要保持安静,不许喧哗、不许擅自离开岗位。

(7) 保持实验室整洁。实验自始至终需保持桌面、地面、水池清洁,书包、衣物及与实验无关物品应放在指定地点。公用仪器、药品、试剂用完要放回原处。

(8) 不得将实验所用仪器、药品随意带出实验室。

(9) 废弃有机溶剂、废液及废渣不许倒进水池,必须倒在指定的废液缸中。

(10) 实验完毕,值日生要做好清洁卫生工作,检查实验室安全,关好水、电、煤气及门窗。

1.2.2 实验室安全知识

掌握实验室安全知识对于每个实验工作者是非常重要的,因为很多有机化合物具有易燃、易爆和毒性等特性。与其他化学实验相比,有机化学实验存在更多的潜在危险。只有提高安全意识,加强防护措施,才能避免危险,防止发生事故。

1. 保护眼睛和其他个人安全防护

在实验室中要戴上安全防护眼镜,因为实验过程中可能由于小小的疏忽而发生爆炸,反应过猛引起暴沸或因清洗不慎仪器炸裂,这些都有可能使玻璃碎片、化学药品溅入眼睛。因此戴上防护眼镜是保护眼睛的最方便、最有效的措施。

注意! 如有玻璃碎片进入眼睛,切勿用手搓揉,应用镊子小心取出或用水洗出。最好立即去医院治疗处理。

实验时不应穿过于肥大的衣服,必须穿实验服做实验,预先要把长头发扎起来。在实验室中不许穿露脚趾及脚面的鞋子。

实验室中不得存放食物和饮料,严禁在实验室内饮食。

2. 防火

有机化学实验常常需要使用大量有机溶剂,绝大多数有机溶剂(如乙醚、己烷、石油醚、四氢呋喃、甲醇、苯、丙酮等)都是易挥发、易燃的液体。乙醚、戊烷和己烷等尤其危险,它们与适量空气混合时遇明火会发生爆炸。但有些实验操作需要使用明火,如水溶液加热。而绝大多数有机溶剂的着火点都比水的沸点(100°C)低。因此切不可利用明火加热有机溶剂。

必须牢牢记住“点明火必须远离有机溶剂,操作易燃溶剂必须远离火源”的基本原则。要提高警惕! 当实验使用明火时,要仔细察看周围是否有易燃溶剂;倾倒和存放有机溶剂时,务必远离火源。不要将大量易燃溶剂存放在实验室内,应当储存在危险品仓库中。废弃有机溶剂不可倒在水池和下水道中,以免引起下水道起火。严禁在有机化学实验室内吸烟。

每个在实验室实验和工作的人员都要清楚所在实验室中灭火器、沙箱及灭火毯等灭火器材的放置地点,并了解其使用方法。如果发生失火,切勿惊慌。若是烧瓶上的小火,通常只需用一块石棉网或玻璃片盖住瓶口,即可迅速熄灭。若是火势较大,首先应立即切断实验室电源,使用灭火器(二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、四氯化碳灭火器)、黄沙等将火熄灭。油浴及有机溶剂着火,切忌用水灭火,这反而会引起火势蔓延。若衣服着火,切勿在实验室内奔跑,加剧火焰燃烧,以致将火种引至他处,应该用防火毯包裹熄灭。如果火焰较大,应躺在地上(以防烧向头部),裹紧防火毯至其熄灭,也可在地上滚灭,或打开近处自

来水冲淋熄灭。

若有轻度烧伤或烫伤者,可涂抹烫伤软膏。伤势严重者应立即送往医院急救。

注:常见灭火器的简介和使用方法

四氯化碳灭火器:用以扑灭电器内或电器附近之火,但不能在太狭小和通风不良的实验室内使用,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会发生爆炸。

二氧化碳灭火器:是有机化学实验室中最常用的一种灭火器,在其钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体立即喷出,常用以扑灭有机物及电器设备着火。使用时应注意:一手提起灭火器,一手握住喷出二氧化碳喇叭筒的把手。因喷出二氧化碳,瓶内气压骤然降低,温度也骤然下降,手若直接握在喇叭筒上易被冻伤。

泡沫灭火器:内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,使用时将筒身颠倒,两种溶液立即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。除非大火,通常不必使用泡沫灭火器。

无论何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

3. 防爆炸

有机化学实验使用的试剂、药品品种繁多,实验操作手段变化多样,实验中难免会遇到易燃易爆试剂、药品和具有潜在爆炸危险的操作。所以防爆是另一项重要安全防护措施。

当空气中混杂的易燃有机溶剂蒸气和易燃、易爆气体的含量达到一定极限时,遇明火即可发生燃烧爆炸。

使用这些易燃溶剂和气体时,在实验前要严格检查装置是否有漏气情况,使用氢气、乙炔气等,要注意保持室内空气流通,严禁明火,并防止产生火星,如敲击、鞋钉摩擦、马达炭刷或电器开关等都可能产生火花。煤气开关应经常检查,保持完好,发现漏气立即熄灭附近火源,打开窗户,用肥皂水查出漏气地方,立即抢修。

某些有机反应中,使用氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂,反应很剧烈,操作不慎就会发生爆炸或燃烧。因此使用过氧化物时应注意切勿与还原性物质接触,如过氧化苯甲酰不要与衣服、纸张、木材接触,否则也会引起着火爆炸;氢化铝锂和金属钠(钾)遇水发生猛烈燃烧爆炸,使用时要注意防水;有些有机反应会生成具有爆炸性的化合物,如实验得到的重氮盐、乙炔酮、乙炔银等放干后易爆炸,叠氮化合物、硝酸酯、多硝基化合物等都是可燃物质,在实验中使用和操作这些化合物时要小心,严格遵守操作规程;乙醚及共轭多烯长期储存,会生成过氧化物,使用前必须检查有无过氧化物,若有,须经除去方可使用。切勿将任何倒出的试剂药品再倒回原储瓶中,谨防不慎,错将其他异物引入瓶内,发生化学反应,造成爆炸事故。

严格按操作规程进行实验。常压蒸馏或回流操作要加沸石,以防液体局部过热,暴沸冲出。在反应时切勿将仪器安装成封闭体系,全套仪器装置必须有一出口通向大气,否则会因加热体系内压增大引起爆炸。减压蒸馏时,预先要仔细检查仪器,绝不可使用残损仪器,蒸馏瓶及接受瓶应该选用圆底烧瓶,不能使用锥形瓶或平底瓶,否则会因瓶底受压不均发生爆炸。加压操作(如高压釜、封管实验等),应时刻注意系统内压力是否超过安全负荷。

在实验操作中必须小心谨慎,注意安全防护。开始实验前首先应该仔细检查仪器是否完整无损,安装是否正确;操作时要精神集中,时刻注意反应情况是否正常;使用易燃、易爆药品或进行潜在有爆炸危险的操作和反应时,务必注意防护,采取适当的防爆措施,如注意戴好防护眼镜、防护面罩,用防护屏遮挡,或在通风橱内安装仪器进行操作。

4. 预防中毒

有机化学实验经常接触的无机和有机化学药品中有个别是剧毒的,使用时务必小心谨慎。另外,有些药品有腐蚀性和刺激性,有些长期或大量接触会引起慢性或急性中毒,使用时也要小心。因此,事先了解实验中使用的每种化学药品的毒性,提高警惕,加强防护十分重要。

有毒气体:氟、氯、溴(蒸气)、氢氰酸、氟化氢、溴化氢、氯化氢、二氧化硫、硫化氢、光气、二氧化氮、氨气、一氧化碳等都是窒息性或刺激性气体,要特别指出,氢氰酸、光气、氟等是剧毒的,如氢氰酸在空气中的含量达 $3/10\,000$ 时,便可在数分钟内致人死亡。使用毒性气体必须在通风橱内进行,并注意安装气体吸收装置,防止气体逸至室内。若有气体大量泄漏,要立即关闭气源,打开门窗,停火、停电、停止实验,迅速离开现场。如有中毒,要立即抬至空气流通的地方,保持静卧,必要时做人工呼吸或给氧急救,并尽快请医生治疗。

强酸和强碱:硫酸、盐酸、硝酸、氢氧化钠、氢氧化钾均刺激皮肤,有腐蚀作用,会造成化学烧伤,强酸的烟雾会刺激呼吸道。打碎碱块时要戴防护眼镜,稀释硫酸时必须在搅拌下将硫酸慢慢倒入水中,切忌将水倒入硫酸中。如溅入眼睛或损伤皮肤,都要先用大量水冲洗。如果被酸损伤,立即用 $3\% \sim 5\%$ 碳酸氢钠溶液冲洗后再用水洗;如果被碱损伤,立即用 $1\% \sim 2\%$ 硼酸溶液冲洗后再用水洗。当腐蚀性毒物进入口中,若是强酸且已吞下,应先大量饮水后服用氢氧化铝软膏和鸡蛋白;若是强碱,也应先大量饮水后服用醋或酸果汁、鸡蛋白。无论酸、碱中毒皆可灌注牛奶,采取必要措施后,要立即把病人送入医院。

剧毒试剂:氰化物(如氰化钠、氰化钾)、氯化汞、硫酸二甲酯等都为剧毒药品。氰化物与酸作用或在空气中遇潮产生氰氢酸,沾及伤口或内服极小量均可迅速致死。硫酸二甲酯是剧毒的油状液体,腐蚀刺激皮肤、粘膜和呼吸系统,损坏心、肝、肺、肾等内脏功能,影响神经和血液循环系统。其蒸气在空气中含量达 1% 时,如果吸入体内便有致命危险。剧毒药品必须由专人负责,妥善保管,实验者必须做好安全防护,遵守操作规程:事先应戴好橡皮手套,切忌让剧毒药品接触皮肤、五官及伤口;操作时注意不让剧毒物质掉在桌面上(最好在大搪瓷盘中操作);操作完毕立即洗手;实验后,残渣和废液注意妥善处理,绝不可随意倒入下水道,造成环境污染。

有机溶剂:这是有机化学实验中大量使用的化学试剂,除去易燃性外,它们的第二种危害是毒性。许多含氯有机溶剂吸入体内不易排出,发生累积中毒引起肝硬化,过多接触苯也会发生累积中毒从而导致白血病。氯仿和乙醚是麻醉剂,当过量吸入会昏睡不醒、恶心、呕吐。甲醇对视神经特别有害。使用有机溶剂,特别是对易挥发的溶剂应在通风橱内操作。需要检查某种试剂的气味时,切忌用鼻子凑近容器口深深地吸气,正确方法是将盛着该物质的容器握在离鼻子较远的距离,用手煽动,让蒸气飘过来,嗅到气味即可;另一种方法是用一个被该物质湿润的塞子,置鼻子下边晃动,轻轻吸气,嗅其气味。

致癌物质:致癌物分以下几类化合物:① 某些烷基化剂,如硫酸二甲酯、对甲苯磺酸甲酯、亚硝基二甲胺、偶氮乙烷及一些丙烯酯类等,长期摄入体内有致癌作用;② 某些芳香胺,