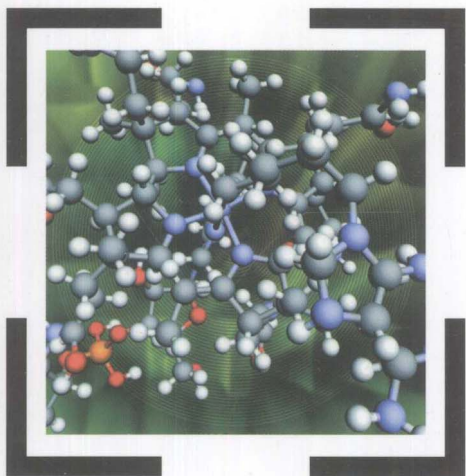


21世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

Experimental Organic Chemistry

有机化学实验



朱卫国 罗虹 ©主编



湘潭大学出版社

有机化学实验

主 编 朱卫国 罗 虹

副 主 编 易 兵 张复兴 廖德仲 陈贞干 刘 煜

参编人员 阳年发 邓国军 陈朗秋 周诗彪 陈红飏
罗志强 沈 平 龚 行 张 劲 周 昕
党丽敏 杨 涛 张维庆 王晓娟 郑清云
桂陆军 何 军 申有名 魏传晚 梁 俊
廖云峰 梁 波

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 朱卫国, 罗虹主编. —湘潭: 湘潭大学出版社, 2009.12

ISBN 978-7-81128-161-3

I. ①有… II. ①朱…②罗… 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 (2010) 第 000717 号

有机化学实验

朱卫国 罗虹 主编

责任编辑: 朱美香

封面设计: 胡 瑶

出版发行: 湘潭大学出版社

社 址: 湖南省湘潭市 湘潭大学出版大楼

电话(传真): 0731-58298966 邮编: 411105

网 址: <http://xtup.xtu.edu.cn>

印 刷: 长沙瑞和印务有限公司

经 销: 湖南省新华书店

开 本: 787×1092 1/16

印 张: 22

字 数: 536 千字

版 次: 2010 年 1 月第 1 版 2010 年 1 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978-7-81128-161-3

定 价: 39.00 元

(版权所有 严禁翻印)

总 序

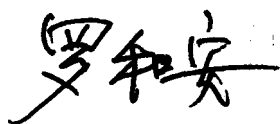
为了提高国家的持续发展能力、综合实力和国际竞争力,党中央、国务院提出构建创新型国家体系、增强自主创新能力的战略,鼓励创造,鼓励创新,特别是鼓励原始创新。创新的关键在人才,人才的成长靠教育。推动教育事业特别是高等教育事业的发展,培养和造就一大批基础扎实、具有创新精神和创新能力的高素质拔尖人才,是构建国家创新体系、建设创新型国家的基础。

正是在这样的背景下,湘潭大学出版社经过精心策划,组织实验教学一线的专家和教师编写了这套“21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材”。实验教学是培养学生创新能力的基本途径,是培养高素质创新人才教学体系的重要组成部分。目前,对作为连接理论与实践的纽带和激发学生发现问题、研究问题、独立解决问题能力的重要环节——实践教学的研究,还显得相对不足;对如何进一步深化实验教学改革,创新实验教学方法、途径,以更好地发挥实验教学对培养学生创新思维与创造技能的平台作用方面的研究与探讨,尚待深入。已出版的实验教材还比较零散,不成体系和规模,高质量、高水平的实验教材建设与实验教学之间还存在一定的差距。随着科技的发展,各种实验手段、实验仪器不断更新,传统实验教学中的许多范例、方法,既不能体现与学科发展相适应的前沿性,也不能体现与产业相衔接的应用性,使许多实验教材严重滞后于实验教学的现实需要和教学改革的进程。要实现创新人才培养的重要目标,必须重视实验教学;而要实现教学目标,达到好的教学效果,则必须以实验教材为基础,必须有好的实验教材作支撑。因此,湘潭大学出版社出版的这套实验教学改革与创新系列教材就非常有意义。

这套教材最大的特点是融入了许多新的实验教学理念和教学方法,引入了新的实验手段与实验方法,尤其是增加了计算机技术在实验中的应用,有利于激发学生的学习兴趣,增强学生对现代高新技术的了解,具有一定的新颖性和前瞻性。教材范围涵盖了物理、化学、计算机、机械等几大传统学科专业,并注意区分了理科和工科教学过程中各自的侧重,做到

了理工交融,也较好地实现了实践性与理论性、基础性与先进性、基本技能与学术视野、传统教学与开放教学的相互结合。好的实验教材既是实验教学成果的直接反映,也是先进的实验教学理念传播的重要载体。相信湘潭大学社出版的这套系列教材,能够为我们提供有益的借鉴,也相信广大教育理论研究和教师,在不断推进实验教学改革与创新过程中,一定能够探索出新的经验,推出新的成果,编写出更多的精品教材,进一步推广先进的实验教学理念和教学方法,提升实验教学质量与水平,为培养高素质的创新人才,建设创新型国家作出新的贡献。

是为序。

A handwritten signature in black ink, reading '罗和安' (Luo He'an). The characters are stylized and fluid, with the first character '罗' being particularly prominent.

2009年3月

前 言

有机化学实验是高等学校化学、材料化学、高分子材料与工程、应用化学、化学工程与工艺、制药工程、环境化学、生物学、农学、林学、药学等多个学科专业教学体系的重要组成部分;是培养学生良好的科学素养和娴熟的实验技能,提高学生发现问题和解决问题的能力,增强学生创新能力和实践能力的重要环节。

本书根据“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”、“厚基础、宽专业、大综合”的教学理念以及“理论性与实验性相结合、基础性与先进性相结合、基本技能与学术视野相结合”的指导原则,结合有机化学学科发展的最新成果和湖南省多所大学有机化学实验项目的特色,并吸收了湘潭大学化学学院有机化学教研室 2002 年编写的《有机化学实验》和国内外同类教材的优点编写而成。全书涵盖了有机化学实验基本知识、基本操作技术、色谱分离技术、波谱分析技术、基本操作实验、合成与制备实验、设计与创新性实验和附录等内容,共计 70 个实验,其中基本操作实验 16 个,合成与制备实验 42 个,设计与创新性实验 12 个。

本书具有四个特点:(1) 贯穿“循序渐进”的指导思想,凸显有机化学实验基础验证性、综合性、设计与创新性“三个层次”,实验安排由简到繁,由单元技能训练到组合技能训练,循序渐进,逐步提高;(2) 增加物理性能、健康危害、燃爆危险和主要用途等知识的介绍,以帮助学生观察、理解实验现象,增强学生的安全意识;(3) 倡导有机化学实验绿色化的理念,对实验项目及某些实验的操作条件作了更新和改进,在保证实验现象明显、实验结果正确的前提下,降低试剂用量,以减少环境污染,并对实验过程产生的“三废”提供了必要的处理方法;(4) 附录列出了常用溶剂的纯化方法,方便教师和学生查阅。

本书由湘潭大学、南华大学、湖南工程学院、衡阳师范学院、湖南理工学院、湖南文理学院等学校的 29 位专家、老师共同编写完成。本书的出版参阅和借鉴了国内外有机化学实验教材的有关内容,同时得到了湘潭大学出版社的大力支持,以及湘潭大学教材出版基金、湖南省有机化学实验精品课程和湖南省普通高等学校教学改革研究项目的资助,在此不再一一列出,特深表谢意。

限于编者的学识水平和经验,本书难免存在错误和疏漏之处,恳请专家、读者批评指正,不吝赐教。

本书可作为高等学校化学、化工、生物、农学、林学和药学等多个学科专业的有机化学实验教材,也可供从事化学化工研究的科研人员参考。

编 者

2009 年 12 月

目 录

第一章 有机化学实验基本知识

1.1 实验须知	(1)
1.2 安全常识	(2)
1.2.1 一般原则	(2)
1.2.2 化学药品的危害与预防	(2)
1.2.3 火灾的预防与处理	(3)
1.2.4 爆炸的预防与处理	(5)
1.2.5 化学灼伤的预防与处理	(6)
1.2.6 中毒的预防与处理	(7)
1.2.7 割伤的预防与处理	(7)
1.2.8 用电安全	(8)
1.3 实验室废弃物的处理与环境保护	(9)
1.3.1 化学废弃物的处理原则	(9)
1.3.2 化学废弃物的收集与处理	(9)
1.4 常用的玻璃仪器与设备	(10)
1.4.1 玻璃仪器的种类	(10)
1.4.2 标准磨口玻璃仪器	(12)
1.4.3 常用玻璃仪器的应用范围	(12)
1.4.4 玻璃仪器的洗涤和干燥	(13)
1.4.5 玻璃仪器的使用与保养	(15)
1.4.6 常用的实验设备及其用途	(15)
1.4.7 其他仪器与器具	(19)
1.5 基础实验技术	(20)
1.5.1 加热与冷却	(20)
1.5.2 加压与减压	(22)
1.5.3 搅拌	(28)
1.5.4 回流	(29)
1.5.5 无水无氧操作	(30)

1.6	实验预习、实验记录和实验报告	(34)
1.6.1	实验预习	(34)
1.6.2	实验记录	(34)
1.6.3	实验报告	(34)
1.7	辞典、手册与文献的查阅	(38)
1.7.1	常用工具书和专业参考书	(38)
1.7.2	检索工具书	(41)

第二章 有机化学实验基本操作

2.1	简单玻璃工操作与塞子的装配	(44)
2.1.1	玻璃管(棒)的清洗、干燥和切割	(44)
2.1.2	玻璃管与玻璃棒的拉制	(45)
2.1.3	塞子的选用、打孔与装配	(47)
2.2	有机化合物物理性质的测定	(48)
2.2.1	熔点的测定及温度计的校正	(48)
2.2.2	沸点的测定	(53)
2.2.3	折光率的测定	(55)
2.2.4	旋光度的测定	(57)
2.2.5	密度的测定	(60)
2.3	液体有机化合物的分离和提纯	(61)
2.3.1	萃取和洗涤	(61)
2.3.2	干燥	(65)
2.3.3	简单蒸馏	(68)
2.3.4	减压蒸馏	(70)
2.3.5	共沸蒸馏	(74)
2.3.6	水蒸气蒸馏	(76)
2.3.7	简单分馏与精馏	(79)
2.4	固体有机化合物的分离和提纯	(85)
2.4.1	过滤	(85)
2.4.2	洗涤	(88)
2.4.3	干燥	(88)
2.4.4	重结晶	(90)
2.4.5	升华	(94)

第三章 色谱分离技术

- 3.1 柱色谱..... (97)
 - 3.1.1 基本原理..... (97)
 - 3.1.2 吸附剂..... (97)
 - 3.1.3 洗脱剂..... (98)
 - 3.1.4 操作方法..... (98)
- 3.2 快速柱色谱 (100)
- 3.3 纸色谱 (100)
- 3.4 薄层色谱 (101)
 - 3.4.1 薄层板的制作 (102)
 - 3.4.2 样品的展开 (102)
 - 3.4.3 薄层板的显色 (102)
- 3.5 气相色谱 (103)
 - 3.5.1 基本原理 (103)
 - 3.5.2 气相色谱仪 (104)
 - 3.5.3 色谱分析 (104)
- 3.6 高压液相色谱 (106)
 - 3.6.1 基本原理 (106)
 - 3.6.2 高压液相色谱流程 (106)
 - 3.6.3 高压液相色谱的流动相和固定相 (107)
 - 3.6.4 高压液相色谱法的特点 (107)

第四章 波谱分析技术

- 4.1 红外光谱 (108)
 - 4.1.1 基本原理 (108)
 - 4.1.2 测定方法 (109)
 - 4.1.3 红外光谱图的解析 (111)
- 4.2 紫外-可见光谱 (113)
- 4.3 核磁共振谱 (116)
 - 4.3.1 基本原理 (116)
 - 4.3.2 实验方法与技术 (121)
- 4.4 质谱 (123)
 - 4.4.1 基本原理 (123)
 - 4.4.2 质谱定性分析 (128)

第五章 基础操作实验

实验 1 简单玻璃工操作、塞子的打孔与装配	(130)
实验 2 熔点的测定及温度计校正	(132)
实验 3 沸点和折光率的测定	(135)
实验 4 糖的性质、糖脎晶形及旋光度的测定	(138)
实验 5 简单蒸馏法制备无水乙醇	(143)
实验 6 从黄连中提取黄连素	(146)
实验 7 从橙皮中提取柠檬油	(148)
实验 8 减压蒸馏法纯化呋喃甲醛	(150)
实验 9 乙酰苯胺的重结晶	(154)
实验 10 从茶叶中提取咖啡因	(156)
实验 11 偶氮苯和邻硝基苯胺的分离	(159)
实验 12 番茄红素的提取与分离	(162)
实验 13 菠菜色素的提取和分离	(165)
实验 14 头发蛋白中氨基酸的分离与鉴定	(168)
实验 15 紫外光谱法测定阿司匹林肠溶片中水杨酸的含量	(170)
实验 16 苯甲酸的红外光谱分析	(172)

第六章 合成实验

6.1 亲核取代反应	(175)
实验 17 1-溴丁烷的合成	(175)
实验 18 叔丁基氯的合成	(178)
实验 19 正丁醚的合成	(180)
实验 20 乙醚的制备	(183)
实验 21 乙基叔丁基醚的合成	(186)
实验 22 β -萘乙醚的合成	(188)
6.2 消除反应	(190)
实验 23 环己烯的合成	(190)
6.3 酯化反应	(193)
实验 24 乙酸乙酯的制备	(193)
实验 25 乙酸正丁酯的合成	(196)
实验 26 乙酸异戊酯的合成	(198)
实验 27 乙酸苄酯的制备	(200)
实验 28 乙酰水杨酸的制备	(202)
实验 29 邻苯二甲酸二丁酯的制备	(205)

6.4 氧化反应	(208)
实验 30 环己酮的制备	(208)
实验 31 己二酸的制备	(212)
实验 32 对硝基苯甲酸的合成	(214)
6.5 还原反应	(216)
实验 33 苯胺的合成	(216)
实验 34 乙苯的合成	(221)
实验 35 二苯甲醇的制备	(223)
6.6 重氮化反应与应用	(226)
实验 36 对氯甲苯的合成	(226)
实验 37 甲基橙的合成	(229)
6.7 加成反应	(232)
实验 38 2-(3-羰基-1,3-二苯基丙基)-1-环己酮的合成	(232)
6.8 缩合反应	(234)
实验 39 苯亚甲基苯乙酮的制备	(234)
实验 40 茚叉丙酮的制备	(236)
实验 41 二茚叉丙酮的制备	(238)
实验 42 乙酰乙酸乙酯的合成	(240)
实验 43 芳基亚甲基丙二腈的简便快速合成	(244)
6.9 狄尔斯-阿尔德反应	(246)
实验 44 内型降冰片烯-顺-5,6-二羧酸酐的合成	(246)
实验 45 9,10-二氢蒎-9,10- α,β -顺丁烯二酸酐的合成	(249)
6.10 Friedel-Crafts 反应	(251)
实验 46 苯乙酮的合成	(251)
6.11 Cannizzaro 反应	(254)
实验 47 苯甲酸和苯甲醇的合成	(254)
实验 48 呋喃甲酸和呋喃甲醇的合成	(257)
6.12 Skraup 反应	(260)
实验 49 喹啉的合成	(260)
实验 50 8-羟基喹啉的合成	(263)
6.13 Perkin 反应	(265)
实验 51 肉桂酸的制备	(265)
6.14 Grignard 反应	(268)
实验 52 2-甲基-2-己醇的合成	(268)
实验 53 三苯甲醇的合成	(272)

6.15 相转移催化反应和卡宾反应	(277)
实验 54 (±)苯乙醇酸(扁桃酸)的合成	(277)
实验 55 7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷的合成	(280)
6.16 Leuchart 外消旋体的拆分	(282)
实验 56 α -苯乙胺的制备及拆分	(282)
实验 57 (±)-反-1,2-环己二胺的拆分	(285)
6.17 金属有机化合物的合成	(288)
实验 58 二茂铁的合成	(288)

第七章 设计与创新性实验

实验 59 植物生长素——2,4-二氯苯氧乙酸的合成	(290)
实验 60 辅酶催化合成安息香	(292)
实验 61 对氨基苯磺酰胺的合成	(297)
实验 62 4-苯基-2-丁酮的合成	(300)
实验 63 2-(4-羟基苯基)-5-芳基-1,3,4-噁二唑的合成	(302)
实验 64 电致磷光材料环金属铱配合物的合成	(305)
实验 65 2-氰基-3-(5-(4-(N,N'-二苯氨基)苯)-4-己基噻吩-2-基)- 丙烯酸的合成	(309)
实验 66 苯佐卡因的制备	(312)
实验 67 立索尔大红的合成	(315)
实验 68 己内酰胺的合成	(318)
实验 69 α -乙酰氨基肉桂酸的合成及氢化	(321)
实验 70 对硝基苯酚的合成	(325)

附录

附录 1 常用溶剂的物理常数	(327)
附录 2 常用有机溶剂的纯化	(329)
附录 3 常见共沸混合物的沸点与组成	(334)
附录 4 商用氘代溶剂中残留质子的化学位移	(335)
附录 5 商用氘代溶剂中碳原子的化学位移	(335)
附录 6 有机物各类氢核近似的化学位移	(336)

参考文献	(337)
------	-------

第一章 有机化学实验基本知识

1.1 实验须知

有机化学是一门实验性很强的学科,它的理论来源于实验,且又依靠实验来验证。因此,有机化学实验课与有机化学理论课一样,一直是化学化工类专业学生不可缺少的必修课程,也是生物、农学、林学、药学等多个学科专业学生的重要基础课程。

有机化学实验课程的主要目的是:

(1) 使学生掌握有机化学实验的基本技能,学会正确选择有机化合物的合成,分离提纯和分析鉴定方法;

(2) 加深学生对有机化学基本理论和基本概念的理解,增强学生运用所学知识解决实际问题的能力;

(3) 养成学生实事求是的科学态度和良好的工作习惯;

(4) 培养学生的综合实验能力和创新精神。

有机化学实验安全尤为重要,如果操作不当,常会出现意外事故。为保证实验的正常进行,培养良好的实验作风,学生实验时必须做到:

(1) 严格遵守实验室的各项规章制度。

(2) 实验前须详细阅读实验内容,并按要求写好实验预习报告,否则不准进行实验。

(3) 严格按实验操作规程进行实验。如果不知道如何安全地进行实验操作,应向实验指导老师咨询。如发生意外事故,应立即向指导老师报告,切勿惊慌。

(4) 集中精力,仔细观察,积极思考,并如实做好实验记录。不得做与实验无关的事情,中途不得随意离开实验室。

(5) 保持实验室台面、地面的整洁。公共仪器和化学药品使用后,应立即归回原处;固体、液体废弃物应分类倒入指定的废弃物回收容器内,严禁倒入水槽和下水道,以免污染环境和堵塞管道;实验完成后,应及时关好水、电、气,整理好实验台面,清洗好仪器,并将仪器放回原处。

(6) 爱惜公共财产。节约水电,严格控制药品用量。实验过程中如损坏仪器,应立即向指导老师报告,并及时登记补领。

(7) 遵守实验秩序,保持实验室安静。

(8) 遵守实验结果报告制度。实验报告递交指导老师签字后,方可离开实验室。

(9) 遵守轮流值日制度。值日生应负责整理公用仪器和药品,打扫实验室卫生,处理废物,检查水、电、气是否关闭,并关好门窗。

1.2 安全常识

在有机化学实验室,经常要使用易燃溶剂、具有腐蚀性和毒性的化学药品、易爆物和易碎玻璃仪器,使用不当就可能发生爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤和触电等事故,因此实验时应牢固树立安全无小事和安全第一的意识。只要采取适当的预防措施,遵循安全操作规程,就可以避免安全事故的发生。为了防止安全事故的发生和正确处理发生的安全事故,下面介绍一些必要的防范知识和预防措施。

1.2.1 一般原则

(1) 凡进入实验室做实验的人员,必须掌握安全使用化学药品的一般知识。

(2) 进入实验室前,应该了解实验使用的化学药品的危险性和毒害性,预计可能发生的危险,事先采取预防措施。

(3) 实验开始前,应检查仪器是否完整无损,装置是否正确;实验过程中,应注意仪器是否出现破裂、装置是否漏气和反应是否正常。

(4) 不能在无人看管的情况下进行有机化学实验。

(5) 化学药品不得随意散失、丢弃和携带出实验室,要用规定的容器储存化学药品,按规定处理废液、废渣、废瓶和有害气体,以免污染环境、影响身体健康和发生安全事故。

(6) 实验工作要做到有条不紊,决不容许匆匆忙忙,草率从事。要集中思想、开动脑筋,严格按操作规程开展实验。任何匆忙的举动都有可能产生事故。

(7) 当你或你的同伴在使用可燃液体时,要特别注意着火的危险性。在有充分的防护措施的条件下才能使用易爆、有毒和致癌的化学药品。

(8) 实验室严禁饮食、吸烟。实验完毕,打扫卫生。

(9) 实验区域内严禁嬉戏、打闹和闲聊,不准在实验区域内随意跑动。

(10) 所有不安全的情形、不安全的行为和可能引起意外事故的任何状况,都要及时向指导教师报告。

(11) 能正确使用所有安全设施和防护设备(如灭火器、砂桶及急救箱),并清楚它们的放置位置。

1.2.2 化学药品的危害与预防

预防化学药品的危害,要做到如下三点:

(1) 熟悉了解所用化学药品的毒性及防护措施。

(2) 按照特定的要求存放化学药品。

液体有机物在室温下都有较大的蒸气压,容易挥发到空气中造成危害,必须妥善存放。常温下的液体有机物应存放在小口颈的容器中,并随时盖好瓶盖或塞好塞子,严禁用广口容器(如烧杯、广口瓶)和量筒存放液体有机物,以减少液体有机物在空气中的挥发,使空气中的有机蒸气浓度降到最低限度。

固体有机物储存在广口容器内,以便取用。对于挥发度较大或容易吸湿潮解的固体有机物,要随时盖好瓶盖。

根据化学药品的性质,选用不同材质的器皿存放化学药品。如强碱性液体保存在有橡皮塞的玻璃瓶内(而不能采用玻璃塞),氢氟酸应存放在塑料瓶内。对光敏感的物质(如醚类有形成过氧化物的倾向),应存放在棕色玻璃瓶中,并用不透光的锡箔纸将外面包裹起来。

【注意】在任何情况下,决不能将化学药品存放在装食物或饮料的容器中。

装有易燃、易爆物的容器,应远离火源。对于有互相作用的药品应分门别类,分开存放。

一切储有化学药品的容器必须贴上耐久的标签,标签用不褪色的黑墨水书写,贴在清洁的地方。不要将新标签贴在原来的标签上,以免上层标签脱落后留下原来的标签而造成失误。为了防止标签腐蚀脱落,可在标签上涂一层熔融的固体石蜡。没有标签的药品在未检验确定以前不要使用,无法检验的药品按废弃物处理。

(3) 严格遵守实验操作规程。

回流和蒸馏操作要严防暴沸,反应装置要正确搭建,冷凝水要保持畅通,以防止蒸气逸出。冷却不了和冷却不完全的有害气体要用橡皮管接入风管(特别是低沸点的溶剂,更应如此),或经通风柜的通风井排出。

苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等溶剂的蒸气会使人中毒,它们虽有特殊气味,但久嗅会使人嗅觉迟钝,因此,应在通风良好的情况下使用这些溶剂。

在任何情况下,要根据有机化合物的性质和加热温度,正确选择电加热套、油浴、水浴和蒸气浴等加热方式,不可用火焰或电炉直接加热烧瓶里的有机化合物。

当附近有人使用易燃溶剂时,在任何情况下,不能有明火产生。使用易燃易爆的气体时(如氢气和乙炔),还应防止一切火星发生,如敲击、鞋钉摩擦、马达碳刷或电器开关时所产生的火花。

开启易挥发液体的瓶塞时,必须充分冷却后再开启。开启时瓶口必须指向无人处。如瓶塞不易开启时,必须注意瓶内储物的性质,切不可贸然加热或乱敲乱打。

(4) 按规定取用化学药品。

切勿直接用手取用,更不能用口去尝化学药品。有些药品(如苯、苯胺等)能透入皮肤,伤害人体,因此,在使用这些药品时,应戴橡皮手套,避免这些药品直接与皮肤接触,操作后立即洗手。

氰化物、高汞盐[如 HgCl_2 和 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$]、可溶性钡盐(BaCl_2)、重金属盐(如镉和铅盐)、三氧化二砷等剧毒药品,应妥善保管,使用时要特别小心,不得接触伤口或进入口内。

金属汞易挥发(通常加一层水保护),可通过呼吸道进入人体内,逐渐积累引起慢性中毒。取用汞时,应该在盛水的搪瓷盘上小心操作。一旦汞洒落在桌面或地上,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使汞变成不挥发的硫化汞。

钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧,所以,钾、钠应保存在煤油中,白磷应保存在水中,取用时必须遵守操作规程,如用镊子取用。

1.2.3 火灾的预防与处理

1. 火灾的预防

在有机化学实验室中,各种易燃、易爆的化学药品的使用极为普遍,这些化学药品,有的

易燃,有的自燃,有的相互间性质抵触,稍有不慎,很有可能酿成火灾事故。另外,实验要经常使用各类电气设备,个别情况下还有明火作业,有时需进行各种蒸馏、回流、萃取等典型操作,从而增大了实验室的火灾危险性。为了预防火灾的发生,应采取如下预防措施:

1) 加强消防安全教育

对实验人员要进行细致的岗前消防安全教育,使他们了解国家的消防法律法规和各项规章制度,牢固树立消防安全意识,掌握基本的安全操作规程、防火常识、灭火方法和火灾情况下的自救常识。

2) 加强易燃、易爆化学药品管理

有机化学实验室使用的化学药品多为易燃、易爆药品。这些药品由于性质活泼、稳定性差和挥发性强,极易诱发火灾爆炸事故。因此,加强化学药品储存的消防管理,断绝火灾发生的物质来源是有机化学实验室防火的重点。

常用的方法是严格执行分类、分项存放化学药品的原则,严防跑、冒、滴、漏现象的发生。实验室使用或制得的化学药品必须严格封闭保存,防止挥发或变质引发事故。任何化学药品放置于容器储存,必须贴上标签,发现异常情况应及时处理,不能乱丢、乱放和盲目使用。冰箱内严禁存放低闪点类液体,存放其他可燃液体时也应完全封闭,防止液体挥发遇冰箱启闭产生的火花而引发爆炸事故。存放危险药品的位置应避免日光照射,向阳的窗户等开口部位应有遮阳设施。

3) 严格执行操作规程

有机化学实验室火灾大多数是由于违反操作规程或缺乏相应扑救措施引发的。因此,严格执行操作规程是做好实验室防火工作的最基本、最可靠的手段。

除此之外,还应注意以下事项:① 在进行蒸馏或回流操作时,必须预先放置沸石,防止溶液过热爆沸而冲出。若在加热中发现未放沸石时,则应停止加热,待溶液稍冷后再补放;② 避免用明火直接加热烧瓶,应根据所盛的化学药品和溶剂的沸点的高低选用水浴、油浴或电热包加热,并保证冷凝水畅通,以防止大量蒸气来不及冷凝而逸出;③ 严禁将实验残液随处乱倒,应回收、密闭后统一处理;④ 蒸馏和回流操作要保证整个系统严密不漏气,真空接引管的尾气应由通风橱排出;⑤ 常压操作,应使全套装置和大气相通,防止形成密闭体系;⑥ 减压操作,应选用圆底烧瓶,不可用锥形瓶,以免锥形瓶炸裂;⑦ 加压操作,应密切监视釜内压力,以免超过安全负荷;⑧ 久置的有机化合物如醚、共轭烯烃等物质因生成易爆炸的过氧化物,需特殊处理后方可使用。

4) 严格用电管理

电气故障是发生火灾的重要原因之一。有机化学实验室各类电气设备较多,应严格管理。电气线路的铺设、电气设备的安装、保护和维修都应严格执行国家的有关标准,严禁私拉乱接电线,电气设备应做到人走电断,确保安全。经常使用易燃易爆气体和液体的实验室的电气设施应达到整体防爆要求。另外,电气设备及线路应及时检测和更新,避免带着隐患运转,养患成灾。

2. 火灾事故的处理

一旦不慎失火,切莫惊慌失措,应冷静、沉着,并立即采取各种相应措施,防止火势蔓延,以减少事故损失。如果火灾处于初起阶段,燃烧面积很小,自己有把握将火扑灭,就应立即采用最快速有效的方法将火扑灭。如果发现火灾的火势已很大,自己无力扑救,就应当立刻

报警。

【注意】公安消防部门的报警电话号码是“119”，打报警电话应沉着镇定，清楚扼要说明起火地点(区、街、单位、楼栋名称等)，燃烧的物质，火势情况等。同时应将自己的姓名及联系电话号码告诉报警台，以便随时联系。报警完毕，应派人在校门口或街道口等候，引导消防车迅速到达火灾现场灭火；同时，还应向学校保卫部门值班室报告。

灭火时应注意切断通向火场的电源和燃气源；同时应转移火场附近的易燃、易爆危险品，转移不了的应设法降温冷却。常采取的灭火方法有：

1) 隔离灭火法

将燃烧物体与附近的可燃物质隔离或疏散开，使燃烧停止。

2) 窒息灭火法

容器(如烧杯、烧瓶、热水漏斗等)发生的局部小火，可用石棉网、表面皿或木块等盖灭。有机溶剂在桌面或地面上局部蔓延燃烧时，可撒上细砂或用灭火毯(玻璃纤维布)、湿布扑灭。钾、钠等金属着火时，通常用干燥的细砂覆盖，严禁用水和四氯化碳灭火器灭火，以免导致猛烈的爆炸。衣服着火，可就地卧倒打滚焖熄火焰，切勿慌张奔跑，以免风助火势。邻近人员可用湿布、灭火毯等将着火处包裹，使火熄灭，也可就近用水龙头浇灭。

3) 化学抑制灭火法

将足够数量的化学灭火剂喷射在燃烧物上，抑制和中断燃烧反应，达到灭火的目的。通常要根据着火物质的性质选用不同的灭火器灭火。下面介绍几种常用灭火器及其使用方法。

(1) 二氧化碳灭火器：灭火器里装有压缩的液态二氧化碳(CO_2)，适用于扑灭有机物和电器引起的火灾，但不能用于扑灭金属引起的火灾。使用时，一手提灭火器，一手握在喷 CO_2 喇叭筒的把手上，打开开关，即喷出 CO_2 气体。应注意，喇叭筒上的温度会随着喷出的 CO_2 气压的骤降而骤降，故手不能握在喇叭筒上，以免手被冻伤。 CO_2 无毒害，使用后对周围环境无污染。

(2) 泡沫灭火器：灭火器里分别装有碳酸氢钠与硫酸铝溶液。使用时，将筒身颠倒，两种溶液会立即混合、发生反应，生成有硫酸钠、氢氧化铝和大量 CO_2 组成的泡沫、泡沫随 CO_2 气压喷射而出，灭火时泡沫把燃烧物质包住，与空气隔绝而灭火。由于泡沫能导电，泡沫灭火器不能用于扑灭电器着火。另外，灭火后存在硫酸钠、氢氧化铝的污染，给火场清理工作带来麻烦，因此，一般非大火时不用泡沫灭火器。

(3) 干粉灭火器：灭火器里装有压缩的二氧化碳和干粉。干粉是一种干燥的、易于流动的微细固体粉末，由能灭火的基料、防潮剂、流动促进剂、结块防止剂等添加剂组成。干粉灭火器主要是利用压缩的二氧化碳吹出干粉(主要含有碳酸氢钠或磷酸氢二铵)来灭火。主要适用于扑救石油、有机溶剂等易燃液体、可燃气体和电气设备的初起火灾。使用时，打开保险销，把喷管口对准火源，拉动拉环，干粉喷出灭火。

无论使用何种灭火器，都应将喷出口对准火焰底部，从火的四周开始向中心扑灭。

1.2.4 爆炸的预防与处理

1. 爆炸的起因

下列几种情况，常导致实验室发生爆炸事故：