

普通高等教育“十二五”规划教材
全国高等医药院校实验教材

有机化学 实验教程

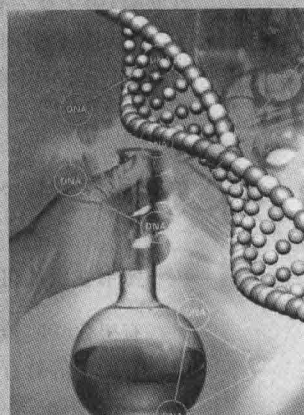


主编 刘华 胡冬华

清华大学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材
全国高等医药院校实验教材

有机化学 实验教程



主编 刘华 胡冬华

清华大学出版社

内 容 简 介

本教材共分7章。第1章主要介绍了有机化学实验的基本知识以及实验室常用的仪器设备;第2章介绍了有机化学实验基本操作和技术;第3章对有机化学实验特殊操作与技术做了简介;第4章介绍有机化合物的分离提纯方法与技术;第5章为基本有机合成实验,涉及9大类化合物24个合成实验;第6章为综合性与设计性实验;第7章为有机化合物性质实验。

本实验教材内容先进科学,紧密联系实际,注重培养学生绿色化学理念,提高学生分析问题、解决问题的能力,激发学生的创新意识。

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验教程/刘华,胡冬华主编. --北京:清华大学出版社,2015
普通高等教育“十二五”规划教材·全国高等医药院校实验教材
ISBN 978-7-302-38421-2

I. ①有… II. ①刘… ②胡… III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第252858号

责任编辑:罗 健 王 华

封面设计:戴国印

责任校对:王淑云

责任印制:李红英

出版发行:清华大学出版社

网 址: <http://www.tup.com.cn>, <http://www.wqbook.com>

地 址:北京清华大学学研大厦A座 邮 编:100084

社总机:010-62770175

邮 购:010-62786544

投稿与读者服务:010-62776969, c-service@tup.tsinghua.edu.cn

质 量 反 馈:010-62772015, zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn

印 装 者:北京密云胶印厂

经 销:全国新华书店

开 本:185mm×260mm

印 张:11.75

字 数:316千字

版 次:2015年2月第1版

印 次:2015年2月第1次印刷

印 数:1~2500

定 价:29.80元

产品编号:055108-01

编者名单

- 主 编 刘 华 胡冬华
副主编 金永生 毕锡和 张 红 张美慧
编 者 (以姓氏拼音为序)
- 毕锡和 (东北师范大学)
陈钟文 (江西中医药大学)
崔汉峰 (江西中医药大学)
邓超澄 (广西中医药大学)
甘琳琳 (广西科技大学)
高 颖 (长春中医药大学)
胡冬华 (长春中医药大学)
金永生 (中国人民解放军第二军医大学)
李锦莲 (佳木斯大学)
李俊波 (长治医学院)
李兴奇 (东北师范大学)
刘 华 (江西中医药大学)
刘卫兵 (广东石油化工学院)
唐伯孝 (井冈山大学)
徐显秀 (东北师范大学)
杨晓明 (平凉医学高等专科学校)
张爱华 (首都医科大学)
张 红 (山西职工医学院)
张美慧 (沈阳药科大学)

PREFACE

前言

有机化学实验是与化学相关的各类专业必修的一门基础实验课程，是有机化学教学不可或缺的重要组成部分，为有机化学理论教学提供实验支撑。

有机化学实验教学的目的是训练学生的实验操作技能，验证有机化学理论教学中所学知识，培养学生选择合理的有机合成方法和分离、鉴定手段，以及分析和解决实际问题的能力；同时也是培养学生理论联系实际的作风，实事求是、严格认真的科学态度与良好的工作习惯的一个重要环节。

全书由 7 章内容组成：第 1 章为有机化学实验的基本知识，介绍实验室守则、安全常识及有机实验室常用的仪器和设备等；第 2 章为有机化学实验基本操作和技术，包括加热、冷却、搅拌、干燥、物理常数的测定和谱学分析技术等；第 3 章为有机化学实验特殊操作与技术简介，主要介绍绿色有机化学实验、微波辐照有机合成，有机声化学合成技术和无水无氧操作技术等特殊操作和技术；第 4 章为有机化合物的分离提纯方法与技术，主要介绍各种蒸馏方法、重结晶、萃取、升华和色谱分离技术；第 5 章为基本有机合成实验，涉及 9 大类化合物 24 个合成实验，每个实验一般提供常量法和微量法或半微量法等不同实验方案；第 6 章为综合性与设计性实验，包括 7 种天然产物的提取和分离、5 种常见药物的合成实验和 5 个设计性实验；第 7 章为有机化合物的性质实验，用以验证有机化学理论中的各类官能团的性质。除此之外，教材中还列有附录，包括一些特殊试剂的配制方法、常用有机溶剂的纯化、危险化学试剂的使用知识等。

本书的特色主要体现在：① 更新知识。基于有机化学学科的迅速发展和社会对高层次人才的要求，需要学生具备扎实的有机化学基础知识和实验技能，因此，我们不仅介绍了常规的有机化学实验仪器和设备，而且还涉及一些新型实验技术和设备。② 紧密联系实际。有针对性地选取有机合成实验和提取分离实验，尽量与日常应用相关，以提高学生实验的兴趣。如局部麻醉药苯佐卡因的合成，磺胺类药物的合成，阿司匹林的合成，从茶叶中分离咖啡因，从黄连中分离黄连素，从红辣椒中分离红色素，从薄荷中提取挥发油等。③ 培养学生绿色化学理念。绿色化学的核心内涵体现在减少“三废”的排放，重复使用催化剂、载体等，降低成本，减少废物排放，回收、再生原料，拒绝在化学实验过程中使用一些无法替代又无法回收、再生和重复使用的且有毒副作用及污染作用明显的原料。在本书列举的有机化学实验中，兼顾环保和学生学习的需要，在药品用量上，常量、小量和微量都有所选择。④ 增加综合性实验和设计性实验项目。综合性和设计性实验可以锻炼学生综合应用所学知识分析、解决问题的能力，激发和培养学生的创新意识。⑤ 增加知识链接。作为教材内容的必要补充，本书每章都介绍了一些有利于帮助学生理解实验内容或提高其学习兴趣的相关知识，以及相关职业领域的现状、前沿的拓展性知识或理论应用实验、方法操作实例等。

本书可作为药学类专业学生的实验指导教材，也可作为与化学相关的各类专业有机化学实验

CONTENTS

目 录

第 1 章 有机化学实验的基本知识 1

1.1 有机化学实验室守则 1

1.2 有机化学实验室的安全常识 2

1.2.1 着火与爆炸的预防及处理 2

1.2.2 中毒的预防及处理 4

1.2.3 灼伤的处理 5

1.2.4 防割伤 5

1.2.5 眼睛的保护 6

1.2.6 用电安全 6

1.2.7 实验室常用的急救药品 6

1.3 有机化学实验预习、实验

记录 and 实验报告 6

1.3.1 实验预习 6

1.3.2 实验记录 7

1.3.3 实验产率的计算 7

1.3.4 实验报告 8

1.4 有机化学实验文献检索简介 8

1.4.1 文献检索的一般知识 8

1.4.2 常用工具书及手册 9

1.4.3 常用的期刊文献 9

1.4.4 化学文摘 9

1.4.5 一些常用的网络资源 9

1.5 有机化学实验常用仪器和设备 10

1.5.1 玻璃仪器 10

1.5.2 金属用具 14

1.5.3 常用电器与设备 14

1.5.4 其他设备 15

1.6 有机化学实验常用装置 16

1.6.1 回流装置 16

1.6.2 蒸馏装置 17

1.6.3 气体吸收装置 17

1.6.4 搅拌装置 18

1.6.5 微量反应装置 18

1.6.6 仪器装置方法 19

1.7 化学试剂的取用和转移 20

1.7.1 化学试剂的规格 20

1.7.2 固体试剂的称量 20

1.7.3 液体试剂的量取 20

1.7.4 微量液体试剂的计量和转移 20

第 2 章 有机化学实验基本操作与 技术 22

2.1 加热和冷却 22

2.1.1 常规加热法及热源的选择 22

2.1.2 冷却 23

2.2 搅拌 24

2.2.1 机械搅拌器 24

2.2.2 磁力搅拌器 24

2.3 有机物的干燥 24

2.3.1 干燥的基本原理 25

2.3.2 液体的干燥 26

2.3.3 固体的干燥 26

2.3.4 气体的干燥 27

2.4 有机物物理常数测定 27

2.4.1 固体有机物的熔点及温度计

校正 27

实验 1 熔点的测定 28

2.4.2 液体有机物的沸点	29	3.4.2 无水无氧实验操作方法	57
实验2 微量法测定沸点	30	3.4.3 无水无氧操作所用的仪器及 溶剂的处理	59
2.4.3 液体有机物的折光率	30	3.4.4 无水试剂的转移	61
实验3 折光率的测定	30	第4章 有机化合物的分离提纯方法与 技术	62
2.4.4 物质的旋光性和比旋光度 ...	32	4.1 蒸馏	62
实验4 比旋光度的测定	32	实验6 工业乙醇的蒸馏与沸点 测定	62
2.4.5 物质的密度	33	4.2 分馏	63
实验5 密度的测定	33	实验7 丙酮-水混合物的分馏	64
2.5 谱学分析技术	34	4.3 水蒸气蒸馏	64
2.5.1 红外光谱	34	实验8 苯甲醛或苯胺的水蒸气 蒸馏	65
2.5.2 磁共振	36	4.4 减压蒸馏	66
2.5.3 二维核磁共振及相关技术 ...	41	4.4.1 减压蒸馏的基本原理	66
2.5.4 紫外与可见光谱	43	4.4.2 减压蒸馏常用仪器设备	66
2.5.5 质谱	44	4.4.3 实验步骤	68
2.5.6 X射线单晶结构分析在有机 化学中的应用简介	45	4.4.4 旋转蒸发仪	69
第3章 有机化学实验特殊操作与 技术简介	48	实验9 红色苯胺的提纯(减压 蒸馏)	69
3.1 绿色有机化学实验	48	实验10 减压蒸馏乙酰乙酸乙酯 (微量法)	70
3.1.1 绿色化学与绿色有机合成 概念	48	4.5 重结晶	71
3.1.2 微量与半微量合成有机 化合物	48	4.5.1 常用重结晶溶剂的选择	71
3.1.3 实现绿色合成的几种 途径	49	4.5.2 饱和溶液的制备	71
3.1.4 绿色化学与可持续发展	52	4.5.3 杂质的除去	72
3.2 微波辐照有机合成	53	4.5.4 热过滤	72
3.2.1 微波作用原理	53	4.5.5 晶体的析出	73
3.2.2 微波有机合成装置	54	实验11 呋喃甲酸粗品的重结晶 (微量法)	73
3.2.3 微波有机合成应用	54	实验12 对氨基苯甲酸粗品的重结晶 (常量法)	74
3.3 有机声化学合成技术	55	4.6 升华	75
3.3.1 超声波的作用原理	55	实验13 萘的升华	75
3.3.2 声化学反应器	55	实验14 升华提纯咖啡因	76
3.3.3 超声波强化提取技术	57		
3.4 无水无氧操作技术	57		
3.4.1 概述	57		

4.7 萃取	77	5.6 羧酸的合成	102
4.7.1 液-液萃取	77	实验 31 己二酸的合成	102
实验 15 分离苯甲酸和萘的混合物 ..	77	实验 32 肉桂酸的合成	103
4.7.2 固-液萃取	79	实验 33 苯甲酸的合成	105
实验 16 用连续萃取法提取咖啡因		实验 34 呋喃甲醇和呋喃甲酸的	
(固-液萃取法)	79	合成	106
4.8 色谱分离技术	80	5.7 羧酸酯的合成	107
4.8.1 色谱分离技术的发展与原理 ..	80	实验 35 乙酸乙酯的合成	107
4.8.2 柱色谱	80	实验 36 丙酸丁酯的合成	108
实验 17 用柱色谱技术分离碱性		实验 37 苯甲酸乙酯的合成	109
品红与酸性品红	81	实验 38 乙酰水杨酸(阿司匹林)的	
4.8.3 薄层色谱	82	合成	110
实验 18 邻硝基苯胺和对硝基苯胺的		实验 39 乙酰乙酸乙酯的合成 ..	111
分离	83	5.8 Friedel-Crafts 反应	113
4.8.4 纸色谱	85	实验 40 苯乙酮的合成	113
实验 19 氨基酸的纸上层析	86	实验 41 二苯酮的合成	114
4.8.5 气相色谱	87	5.9 芳香族硝基化合物的合成	115
4.8.6 高效液相色谱	89	实验 42 2-硝基-1,3-苯二酚的	
第 5 章 基本有机合成实验	91	合成	115
5.1 烯烃的合成	91	实验 43 3-硝基-1,2-苯二甲酸的	
实验 20 环己烯的合成	91	合成	116
5.2 卤代烃的合成	92	第 6 章 综合性与设计性实验	118
实验 21 溴乙烷的合成	92	6.1 天然产物的提取与分离	118
实验 22 正溴丁烷的合成	93	实验 44 黄连中小檗碱(或黄连	
5.3 醇的合成	95	素)的提取与分离	118
实验 23 2-甲基-2-己醇的合成 ..	95	实验 45 橘皮中(R)-(+)-柠檬	
实验 24 三苯甲醇的合成	96	烯的提取与分离	119
实验 25 二苯甲醇的合成	97	实验 46 中药麻黄中麻黄碱的	
5.4 醚的合成	98	提取与分离	121
实验 26 乙醚的合成	98	实验 47 牡丹皮中丹皮酚的提取与	
实验 27 苯乙醚的合成	98	分离	122
5.5 醛和酮的合成	99	实验 48 辣椒中辣椒红色素的	
实验 28 环己酮的合成	99	提取与分离	123
实验 29 二苯羟乙酮的合成		实验 49 肉桂中肉桂醛的提取与	
(绿色合成)	101	分离	124
实验 30 紫罗兰酮的合成	101	实验 50 薄荷中挥发油的提取 ..	125

6.2 药物合成	126	实验 68 脂类的化学性质及胆	
实验 51 乙酰苯胺的合成	126	固醇的鉴定	153
实验 52 对氨基苯磺酰胺的合成	128	实验 69 糖类化合物的化学性质	155
实验 53 葡萄糖酸锌的制备与		实验 70 氨基酸和蛋白质的	
质量分析	130	化学性质	157
实验 54 苯佐卡因的合成	132	实验 71 有机化合物立体化学	
实验 55 普鲁卡因的合成	134	模型实验	159
6.3 设计性实验	137	附录	162
实验 56 手工皂的设计与合成	137	附录 1 常用元素相对原子质量表	162
实验 57 甲基橙的合成	138	附录 2 常用有机溶剂的物理	
实验 58 外消旋萘普生的光学		常数表	165
拆分	139	附录 3 有机化学文献和手册中常见的	
实验 59 女贞子中色素的提取	140	英文缩写	166
实验 60 蛋黄中卵磷脂的提取	141	附录 4 有机化学实验常用名词术语	
第 7 章 有机化合物的性质实验	143	英汉对照表	167
实验 61 烃的化学性质	143	附录 5 部分二元及三元共沸混合物的	
实验 62 芳烃的化学性质	144	性质	169
实验 63 卤代烃的化学性质	145	附录 6 常用酸碱溶液的相对密度及	
实验 64 醇、酚的化学性质	146	组成表	170
实验 65 醛、酮的化学性质	148	附录 7 特殊试剂的配制	171
实验 66 羧酸及其衍生物、取代		附录 8 常用有机溶剂的纯化	172
羧酸的化学性质	149	附录 9 危险化学试剂的使用知识	176
实验 67 胺和尿素的化学性质	151	参考文献	178

第1章 有机化学实验的 基本知识

有机化学是药学专业学生必须具备的基础知识,而有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分,其教学目的是培养学生掌握有机化学实验的基本技能和基础知识,验证有机化学中所学的基本理论,训练学生正确选择有机化合物的合成、分离与鉴定的方法,提高分析和解决问题的能力,在实践中培养学生正确的观察和思维方式,以及实事求是、严谨细致的学术作风和良好的工作习惯。

1.1 有机化学实验室守则

为了保证实验能安全、顺利地进行,学生必须遵守以下实验室守则:

1. 实验前,必须认真阅读第1章1.2内容。了解实验室的安全常识、注意事项及有关规定。认真预习有关实验内容,掌握有关有机化学知识,明确实验目的和要求,了解实验的基本原理、内容和方法,并写好实验预习报告。
2. 进入实验室应穿实验服,不能穿拖鞋、背心、短裤等不安全或不雅观的服装,不得将食物、饮品等带入实验室。
3. 进入实验室后,应了解实验室水、电、燃气等开关的位置及急救药箱、消防器材放置的位置和使用方法。严格遵守实验室安全规则和实验操作中的安全注意事项。
4. 实验前做好一切准备工作,检查仪器是否完好无缺,装置是否正确,并经指导老师检查合格后方可进行下一步操作。遵从指导老师和实验室工作人员的指导,严格按照操作规程和要求进行实验。如发生意外事故应及时采取应急措施并报告指导老师。
5. 实验进行时思想要集中,操作要认真,并保持安静,不得大声喧哗、打闹,不得擅自离开实验室,要科学安排好时间,按时完成实验。
6. 实验过程中,应细心观察实验现象,并养成及时做记录的良好习惯,如实记录观察到的现象和有关数据。记录本应顺序编号,不能撕页缺号。
7. 保持实验室整洁。实验时做到仪器、桌面、地面、水槽“四净”。实验台面应经常保持清洁和干燥,不需要和暂时不用的器材,不要放置台面上,以免碰撞损坏。固体废物应倒入废物桶,严禁丢入水槽或下水道,以免堵塞。废液(易燃液体除外)应倒入废液缸内。有异臭或挥发性毒物质的操作必须在通风橱内进行。
8. 爱护公物。实验过程中应爱护仪器设备,公用器材、药品用后立即整理好归还原处。节约水、电及消耗性药品,严格控制药品用量。
9. 实验结束后,将实验记录交指导老师签字和查核。实验仪器、个人实验台面打扫干净,检查水电开关,确认安全后请指导老师检查,经检查合格方可离开实验室。值日生负责整理公用器材,打扫实验室卫生,清倒废物桶,检查水电开关,关好门、窗,经指导老师同意后,方可离开。

1.2 有机化学实验室的安全常识

安全实验是化学实验的基本要求。有机化学实验经常使用易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的试剂和药品,若疏忽大意,就会产生着火、爆炸、中毒、烧伤等事故。此外,实验中常使用的玻璃仪器易碎、易裂,容易引发割伤、燃烧等事故。电器设备等若使用不当也易引起触电或火灾。因此,必须树立安全第一的观念,认真预习和了解实验中使用的药品和仪器的性能、用途、危害及有关注意事项、预防措施,并严格执行操作规程,有效维护人身和实验室的安全,确保实验的顺利进行。

1.2.1 着火与爆炸的预防及处理

1. 着火与爆炸的预防。着火和爆炸是有机实验中常见的事故,比如乙醚、乙醇、丙酮和苯等溶剂易于燃烧,氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸等属易燃易爆气体或药品,若反应过于剧烈难以控制可能引起爆炸。因此,必须注意预防着火及爆炸,主要应注意以下几点:

(1) 防火的基本原则是使溶剂与火源尽可能远离,因此盛有易燃试剂的容器不能靠近火源,加热时要根据易燃试剂的性质选择热源(如使用水浴、油浴或电热帽等),避免用明火直接加热。

(2) 不能用烧杯或敞口容器盛装或加热易燃、易挥发的有机溶剂,数量较多的易燃试剂应放在危险药品橱内,而不能随意存放在实验室中。量取易燃试剂应远离火源,最好在通风橱中进行。

(3) 回流、蒸馏等装置以及加热用仪器不能密闭,回流或蒸馏液体时切记加助沸物(沸石),以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未加助沸物,则应停止加热,待稍冷后再补加,否则在过热溶液中加入助沸物会导致液体突然沸腾,冲出瓶外而引起着火或其他意外事故。冷凝水要保持畅通,若冷凝管忘记通水,大量蒸气来不及冷凝而逸出,也易发生着火。

(4) 在反应中添加或转移易燃有机溶剂时,应注意暂时熄火或远离火源。因故离开实验室时,一定要关闭热源和自来水。

(5) 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。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气一般都较空气密度大,会沿着桌面或地面飘移,或沉积在低洼处。因此,蒸馏乙醚等低沸点易燃溶剂时装置切勿漏气,周围不能有明火,余气应通往下水道或室外。

不能将易燃物倒入废物桶中,量较大时需倒入指定容器进行回收处理,量少的可倒入水槽用水冲走(与水有剧烈反应者除外,如金属钠的残液要用乙醇处理)。

常用的易燃有机溶剂蒸气爆炸极限见表 1-1。

表 1-1 常用易燃有机溶剂蒸气爆炸极限

名称	沸点/℃	闪燃点/℃	爆炸范围/体积分数
甲醇	64.96	11	6.72~36.50
乙醚	34.51	-45	1.85~36.5
乙醇	78.4	12	3.28~18.95
丙酮	56.2	-17.5	2.55~12.80
乙酸乙酯	77.1	4.44	2.18~11.40
苯	80.1	-11	1.41~7.10

(6) 使用如氢气、乙炔等易燃、易爆气体时要注意保持室内空气畅通, 严禁明火, 严防一切火星的产生, 如由敲击、静电摩擦、鞋钉摩擦、电动机炭刷或电器开关等所产生的火花。

常用的易燃气体爆炸极限见表 1-2。

表 1-2 易燃气体爆炸极限

气体	空气中的含量/体积分数
氢气	4~7.4
一氧化碳	12.50~74.20
氨	15~27
甲烷	4.5~13.1
乙炔	2.5~80

(7) 过氧化物、叠氮化合物、硝酸酯、多硝基化合物等具有爆炸性, 使用时应特别小心, 应严格按照操作规程操作。金属钾、钠、氢化铝锂等在使用时切勿遇水, 否则会发生燃烧甚至爆炸。醚类化合物久置后会产生易爆炸的过氧化物, 须经特殊处理后才能使用。

有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧。因此, 应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂与有机试剂分开存放。

(8) 实验时, 确保仪器装置不发生堵塞也是防止产生爆炸的关键要素之一。因此常压操作时, 应使整套装置与大气相通, 并且经常检查仪器装置各部分有无堵塞现象, 切勿造成密闭体系, 否则内压过大, 易发生危险。减压蒸馏时, 不可使用不耐压的仪器 (如平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等), 否则易发生炸裂。必要时, 可戴上防护面罩或防护眼镜。

(9) 反应过程中如果反应过于猛烈, 应根据情况采取冷却或控制添加反应物的速度等措施。

(10) 应经常检查电源、煤气开关是否完好, 煤气橡皮管是否漏气。

2. 着火的处理。一旦发生了着火事故, 应保持沉着镇静, 及时采取相应措施, 一方面防止火势扩展, 另一方面立即灭火, 根据起火的原因及周围的情况采取不同的方法灭火。

(1) 立即熄灭附近所有火源, 拉下电闸并移去周围未着火的易燃物质。

(2) 有机物着火: 少量溶剂 (几毫升, 且周围无其他易燃物) 着火, 可任其燃完。若在小器皿内着火可用石棉网或湿布盖灭; 桌面或地面着火, 如火势不大, 也可用湿布或沙子扑灭。应注意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。

(3) 电器着火: 先切断电源, 然后用二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器等灭火。

(4) 衣服着火: 切勿乱跑, 轻者可迅速把着火衣服脱下用水淋熄, 也可用湿布或厚的外衣包裹着火部位, 使其熄灭。较严重者应躺在地上 (以免火焰烧向头部) 并打滚, 其他人用防火毯或紧紧包住着火部位, 使火焰隔绝空气而熄灭。若有人烧伤, 立即送医院治疗。

火势较大时, 应根据具体情况采用下列灭火器材灭火:

(1) 二氧化碳灭火器: 有机实验室中最常用的一种灭火器, 它的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失火。使用时应注意, 一手提灭火器, 一手握喷二氧化碳喇叭筒的把手。因喷出的二氧化碳压力突然降低, 温度也会骤降, 手若握在喇叭筒上易被冻伤。

(2) 四氯化碳灭火器: 用以扑灭电器内或电器附近之火或少量溶剂如汽油、丙酮等的失火, 需要注意的是不能在狭小和通风不良的实验室中使用。因为四氯化碳在高温时会生成剧毒的光气。



此外,还须注意四氯化碳和金属钠接触也会发生爆炸。

(3) 泡沫灭火器: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,两种溶液即发生反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大,将大量二氧化碳泡沫喷出。

使用灭火器时,应从火的四周向中心扑灭,并对准火焰的根部灭火。

实验室常用的灭火器及其适用范围见表 1-3。

表 1-3 实验室常用的灭火器及适用范围

灭火器	成分	适用范围
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭电器设备、小范围油类及忌水的化学药品的起火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备、小范围汽油、丙酮等的起火
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 NaHCO_3 等	适用于油类失火
干粉灭火器		扑救油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件和遇水易燃物品的初起火灾

1.2.2 中毒的预防及处理

化学药品大多具有不同程度的毒性。有机实验室中有种类繁多的强挥发性有机试剂和各种无机试剂,比其他化学实验更具危险性。若操作不当和缺少必要的防护措施,就可能引起中毒。

有毒化学药品中毒常分为急性和慢性中毒两种,急性中毒指一次性接触中突然引起的伤害(如氰化物);慢性中毒是指在反复的接触中出现明显的中毒症状,例如人长时间吸入有机溶剂蒸气就会引起慢性中毒的现象。

一般有机溶剂对人体的危害有:对神经系统的破坏,如甲醇中毒会损伤视神经甚至导致眼睛失明;一般氯代烃类会引起肝脏中毒现象而对肝脏功能造成损害;此外有些溶剂会对肾脏功能造成影响、对造血系统的破坏以及对黏膜及皮肤的刺激等,此类溶剂除甲醇、氯代烃类(如二氯乙烷、二氯乙烯、三氯乙烯、氯仿、四氯化碳等)外,还有苯及其衍生物(如甲苯、二甲苯、异丙苯、氯化苯等)、丙酮、丁醇、甲酸戊酯、醋酸甲酯、醋酸戊酯、二元醇及醚类等。

产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。在实验中,为防止中毒,要切实做到以下几点:

(1) 使用有毒药品时,应妥善保管,不能乱放,做到用多少,领多少。实验后的有毒残渣,也必须妥善处理,不能乱丢。

(2) 有些有毒物质会渗入皮肤,因此药品不能沾在皮肤上,称量任何药品都应使用工具,不得用手直接接触。需要接触有毒物质时,必须戴橡皮手套。实验完毕后应立即洗手,切勿让毒品沾及五官及伤口,例如氰化物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。

(3) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行,并戴上防护品,尽可能避免有机物蒸气在实验室内扩散。

(4) 对沾染过有毒物质的仪器和用具,实验完毕应立即采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。

(5) 防止水银等有毒物质流失。若水银温度计破损后水银洒落,应及时收集洒落的水银,并用硫黄或三氯化铁清除。

(6) 一般药品溅到手上,通常是用水和乙醇洗去。若溅入口中尚未咽下者立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给予解毒剂。

如对于有腐蚀性的强酸应先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;若是强碱,先饮大量水后,服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒皆再灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

如果是刺激剂及神经性毒物,先服牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解,再将硫酸镁(约30g)溶于一杯水中服下催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐。

吸入气体中毒者,将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

应该注意的是:不要在实验室进食、饮水,因为食物在实验室易沾染有毒的化学物质。

实验时若有中毒症状,应到空气新鲜的地方休息,最好平卧,出现其他较严重的症状,如斑点、头晕、呕吐、瞳孔放大时应及时送往医院。

1.2.3 灼伤的处理

皮肤接触了高温(如热的物体、火焰、蒸气)、低温(如固体二氧化碳、液氮)、腐蚀性物质(如强酸、强碱、溴、酚类等),会造成灼伤。因此,实验时,要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性化学药品时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。

若实验中发生了灼伤,应根据不同的灼伤情况采取不同的处理方法。

(1) 被酸液或碱液灼伤:均应立即用大量水冲洗(浓硫酸除外),然后相应地再用3%~5%碳酸钠溶液或1%~2%硼酸溶液冲洗。最后再用水洗。严重者要消毒灼伤面,拭干并涂上烫伤软膏,及时送往医院。

(2) 被溴灼伤:应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后涂上甘油或烫伤软膏。

(3) 被酚灼伤:先用大量水洗,再用酒精擦至无酚液存在为止,然后涂上甘油或烫伤软膏。

(4) 被钠灼伤:可见的小块用镊子移去,其余与碱灼伤处理相同。

(5) 被灼热的玻璃或铁器烫伤,轻者立即用冷自来水冲洗伤口数分钟或用冰块敷伤口至痛感减轻;较重者可在患处涂红花油,然后涂擦烫伤软膏。

除金属钠外的任何药品溅入眼内,都应立即用大量水冲洗。冲洗后,如果眼睛未恢复正常,应马上送医院就医。

1.2.4 防割伤

实验中若操作不当或不小心,也会造成割伤。易造成割伤的情况有:装配仪器时用力过猛或装配不当;仪器口径不适合而勉强连接;玻璃折断面未烧圆滑有棱角;装配仪器时用力处与连接部位距离太远而致使玻璃仪器、玻璃管(或温度计)折断割伤手等。因此应注意预防割伤。

(1) 应按规定操作,不强行扳、拆玻璃仪器,特别是比较紧的磨口处。尽量保证玻璃仪器的完整,装拆时不能硬性装拆,不宜用力过猛。最基本的原则是切忌对玻璃的任何部分施加过度的压力或扭歪。

(2) 将玻璃管(棒)或温度计插入塞子时,先检查塞孔大小是否合适,玻璃切口是否光滑,注意用力处(手指捏住玻璃管的位置)应尽量靠近塞子,且用力不能太大,以防因玻璃管(棒)折断而割伤皮肤,最好用布裹住并涂少许甘油等润滑剂后再缓缓旋转而入。插入或拔出弯曲管时,手指不能捏在弯曲处。

(3) 注意玻璃仪器的边缘是否碎裂,小心使用;玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔以



消除棱角。

如果不慎发生割伤事故要及时处理,先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口,用创可贴包扎,或涂上红药水,用纱布包扎。若伤口较大或割破了主血管,则应用力按紧主血管以防止大量出血,及时送医院治疗。

1.2.5 眼睛的保护

在实验室中为了防止眼睛受到伤害,应注意对眼睛的保护。

进行有一定危险性的操作,如减压蒸馏、加压操作及取用有腐蚀性(尤其是挥发性大)的化学药品时,有必要戴上防护眼镜以保护眼睛。

如试剂溅入眼内,切记任何情况下都要先用水冲洗,若是酸液或碱液,再相应用1%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液冲洗,最后用水冲洗;若是溴,也需再用1%碳酸氢钠溶液冲洗,最后用水冲洗。以上方法只是紧急处理措施,处理后应马上送医院。

1.2.6 用电安全

使用电器时,切记任何时候都不允许带电操作。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。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验完毕先切断电源,再将连接电源的插头拔下。

1.2.7 实验室常用的急救药品

为处理事故需要,实验室应备有急救药箱,内置以下物品:

- (1) 医用酒精、碘酒、红药水、消炎粉、止血粉、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%)、甘油、龙胆紫等。
- (2) 创可贴、凡士林、烫伤软膏等。
- (3) 医用棉花、纱布、绷带、镊子、剪刀等。

1.3 有机化学实验预习、实验记录和实验报告

1.3.1 实验预习

有机化学实验课是一门带有综合性的理论联系实际的课程,同时,也是培养学生独立工作能力的重要环节,因此,要达到实验的预期效果,必须在实验前认真地预习好有关实验内容,做好实验前的准备工作。

实验前的预习,归结起来是看、查、写。

- (1) 看:仔细地阅读与本次实验有关的全部内容,不能有丝毫马虎和遗漏。
- (2) 查:通过查阅手册和有关资料来了解实验中要用到或可能出现的化合物的性质和物理常数。
- (3) 写:在看和查的基础上认真地写好预习笔记。每个学生都应准备一本实验预习和记录本。预习笔记的主要内容应包括:

(1) 实验目的和要求,实验原理和反应式(正反应、主要副反应),所用仪器和装置的名称及性能,溶液浓度和配制方法,主要试剂和产物的物理常数等。主要试剂的规格用量(g、mL、mol)都要一一写在预习笔记本上,合成实验要先计算出理论产量。

(2) 阅读实验内容后,根据实验内容用自己的语言正确地写出简明的实验步骤,注意不是照

抄实验讲义上的各个步骤,实验步骤中的文字可用符号简化。例如化合物只写分子式;克用“g”,毫升用“mL”,加热用“ Δ ”,加用“+”,沉淀用“ $\downarrow$ ”,气体逸出用“ $\uparrow$ ”,仪器以示意图代替。这样在实验前已形成了一个工作提纲,实验时按此提纲进行。

(3) 对于合成实验,应列出粗产物纯化过程及原理。

(4) 对于将要做的实验中可能会出现的问题(包括安全和实验结果),要写出防范措施和解决办法。

1.3.2 实验记录

实验时应认真操作,仔细观察,积极思考,并且应不断地将观察到的实验现象及测得的各种数据及时如实地记录在记录本上。记录必须做到简明、扼要,字迹整洁。实验完毕后,将实验记录交指导老师审阅。

1.3.3 实验产率的计算

有机化学反应中,理论产量是根据反应方程式,按照原料全部转化为产物的理想情况计算出来的;而百分产率是指反应的实际产量和计算出的理论产量的比值。

$$\text{百分产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

例如:用 20g 环己醇和催化用的硫酸一起加热时,得到 12g 环己烯,试计算其百分产率。



根据化学反应式,1mol 环己醇能产生 1mol 环己烯,今用 20g (即 $20/100=0.2\text{mol}$) 环己醇,理论上应得到 0.2mol 环己烯,理论产量为 $0.2 \times 82 = 16.4\text{g}$,但实际产量为 12g,所得百分产率为 $\frac{12}{16.4} \times 100\% = 73\%$ 。

在有机化学实验中,产量通常不可能达到理论值,可能由以下因素所致:

- (1) 可逆反应。在一定的实验条件下化学反应建立了平衡,反应物不可能完全转化成产物。
- (2) 有机化学反应比较复杂,在发生主要反应的同时,一部分原料可能消耗在副反应中。
- (3) 产品分离和纯化过程中所引起的损失。

为了提高产率,常常增加某一反应物的用量。究竟选择哪一个试剂过量,要根据有机化学反应的实际情况、反应的特点、各试剂的相对价格、反应后是否易于除去,以及对减少副反应是否有利等因素来决定。以下是当反应物过量时计算产率的一个实例。

用 12.2g 苯甲酸、35mL 乙醇和 4mL 浓硫酸一起回流,制得苯甲酸乙酯 12g。

