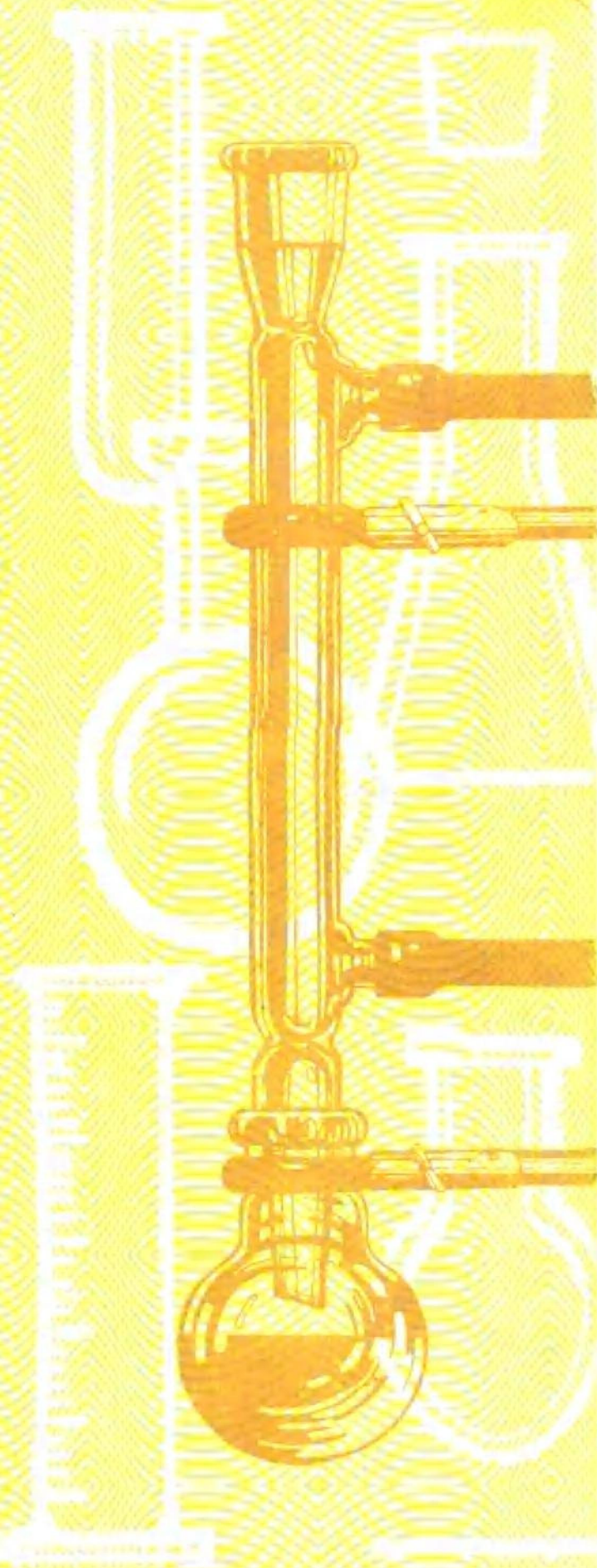


现代 有机化学 实验技术 导论

D. L. 帕维亚
[美] G. M. 兰普曼 著
G. S. 小克里兹

科学出版社

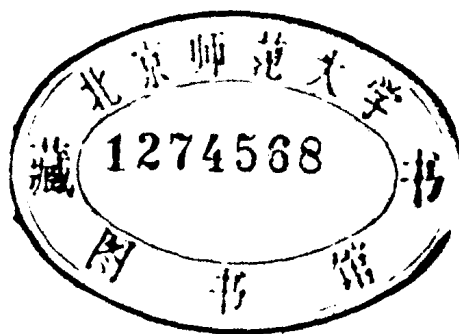


现代有机化学实验技术导论

[美] D. L. 帕维亚 G. M. 兰普曼 G. S. 小克里兹 著

丁新腾 译

JU1/156/11



科学出版社

1985

内 容 简 介

本书在对经典有机实验教程内容不作重大删节的情况下,扩大了有机实验的范围,使之涉及到生物学、药学等方面。在内容上非常重视实验科学训练的严密性,同时又重视趣味性,尽量挑选与生活 and 近代新领域密切相关的题目作素材。在技巧训练上也新颖、详尽。

全书由两大部分组成:第一部分由56个成熟的实验组成,以合成为主,内容涉及醇、醛、酮、酸、酯、药物、石油、立体化学、染料、光化学、天然产物、氨基酸、蛋白质等。第二部分由17个训练操作技巧的实验组成,包括过滤、结晶、萃取、各种蒸馏、柱层析、薄层层析、气相层析、光谱、升华、旋光测定、折光率测定等。在许多实验之前安排有短论(小品文),扼要叙述与该实验有关的理论知识,包括背景、历史、发展以及参考文献等。

本书可供高等院校化学系、生物系,医学院,药学院用作有机化学实验教材,也可供有关单位研究人员和工程技术人员参考。

D.L.Pavia G. M. Lampman G.S. Kriz, Jr.
INTRODUCTION TO ORGANIC LABORATORY
TECHNIQUES
A CONTEMPORARY APPROACH
W. B. SAUNDERS COMPANY, 1976

现代有机化学实验技术导论

〔美〕D. L. 帕维亚 G. M. 兰普曼 G. S. 小克里兹 著

丁新腾 译

责任编辑 尚久方

科学出版社出版

北京朝阳门内大街137号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1985年1月第一版 开本:787×1092 1/16
1985年1月第一次印刷 印张:33 1/2
印数:精1—5,400 插页:精3 平2
平1—3,850 字数:775,000

统一书号:13031·274

本社书号:3781·13—4

定价: 布脊精装 8.80 元
平 装 7.80 元

序 言

在着手拟订这本有机化学实验教科书的颇为冗长的编写和取材计划的时候，我们曾料想一种较新的写法可能会对攻读有机化学课程的学生产生有益的结果。我们推测，一本较少侧重纯化学题材而较多侧重从生物学跨入化学的教科书可能是成功的。我们的切身经验表明，这一新方法的确是成功的。

在部分学生中，已比较容易引起对有机化学实验的热情。在培养这种热情的过程中，我们并未将典型有机化学实验教程内容作重大改动。我们的教科书介绍了所有重要的实验室技术——所有各种过滤法、结晶法、萃取法、蒸馏法、层析法以及波谱法。书中还包括许多重要的反应类型——酯化反应、Grignard 反应、芳香族取代反应、亲核取代反应、还原反应、氧化反应、以及缩合反应。总之，我们未曾改动根据严谨的实践经验指望一本标准实验教程所应提供的内容。我们所作的与众不同之处在于努力把尽量多的可为主题增添兴趣的材料选进实验之中。像分离天然产物的某些实验，很早就出现在本教科书中了。这些实验不仅把学生引入有趣的论题，而且还使许多重要技术得以在教学计划的早期就被引进。

我们所搜集的不仅包括纯化学方面有趣的论题，而且也包括消费者、生物学以及历史学等方面有趣的题目。在为这本教科书选材时，我们清楚地意识到，选修有机化学实验课程的许多学生是主修生物学、医科预科、牙科预科以及药科预科的。在大多数这类课程中，他们的人数远远超过主修化学的学生。本教科书中大多数题目的安排是为了引起这些学生的兴趣，防止他们对化学感到厌烦。不过，本书也为主修化学的学生作了安排，使他们能得到开始学习高级课程时所需的一切实际经验。

虽然本教科书比讨论同一化学领域的别的教科书篇幅稍大，但我们觉得它实际上是一本三位一体的书。第一，书中有实验部分。所有这些实验基本上都已给我们自己的学生在实验室里试验过。有许多主意和实验是全新的，而另一些则是给以往历届学生多次反复做过的实验。一般说来，用成套的典型玻璃仪器即可完成这些实验，毋需更为特殊的装置。每个实验都尽量使其自成体系。在规划实验时，对于学生的有机化学预备知识没作什么假设。书中既讨论了反应机理，也讨论了反应的化学计算法。我们把实验安排得几乎可按任何次序加以使用，这给本书增添了潜在的伸缩性。许多实验是按我们的设想选定的，即它们应可用作把学生引向一年正规课程范围以外更有趣的有关领域的一种媒介。

第二，书中有技术部分。我们已尝试着把技术从实验中分出来讨论。这样做后，就可允许在实验教程中换进新实验而毋需全面改写技术讨论。使用本教科书的指导教师也有了在课程中增添自己喜爱的实验的更大灵活性。我们把这几章写得很仔细，以便把实验中可能遇到的每种技术的全面论述都包括进去。我们觉得书中技术部分所包括的材料是足够详细的，它们使学生有了甚至对付独立研究的准备。虽然看起来似乎技术没有包括在实验中，但对本书作一番仔细考察后便会看到，非但技术包括在内，而且还对它们进行

了广泛的探讨。

第三,书中在许多实验前有小品文。这些小品文作为讲课之补充可能有所裨益,因为它们涉及的论题正是大多数讲课教材中忽略的内容。这种小品文形同“课程中的课程”,可作为理科学生有机化学课程的特别有用的补充。与这些小品文一起,还罗列了指导性参考读物以供希望进一步探讨这些题目的学生使用。

我们对这本教科书的初步体验证明了我们的方法是成功的。我们已观察到,学生的兴趣已比我们采用较传统的方法教这门课程时期大有提高。我们相信我们的方法能在大多数院校取得成功。

(下略)

D. L. 帕维亚
G. M. 兰普曼
G. S. 小克里兹

目 录

| | |
|-----------|----|
| 给学生的前言和忠告 | 1 |
| 实验室安全 | 3 |
| 预先准备和实验记录 | 5 |
| 实验用的玻璃仪器 | 12 |

第一部分 实 验

| | | |
|-----|---------------------------------|----|
| 小品文 | 阿司匹灵 | 21 |
| | 实验 1 乙酰水杨酸 | 22 |
| 小品文 | 止痛药 | 25 |
| | 实验 2 乙酰苯胺 | 27 |
| | 实验 3 非那西汀 | 29 |
| 小品文 | 药物的鉴定 | 31 |
| | 实验 4 止痛药的 TLC 分析法 | 32 |
| 小品文 | 天然产物 | 35 |
| 小品文 | 尼古丁 | 36 |
| | 实验 5 从烟叶提取尼古丁 | 39 |
| 小品文 | 咖啡因 | 42 |
| | 实验 6 从茶叶中分离咖啡因 | 45 |
| | 实验 7 从咖啡中分离咖啡因 | 47 |
| 小品文 | 甾体化合物 | 50 |
| | 实验 8 从胆石中提取胆甾醇 | 53 |
| 小品文 | 视觉的化学 | 56 |
| | 实验 9 番茄红素和 β -胡萝卜素 | 59 |
| 小品文 | 乙醇和发酵化学 | 63 |
| | 实验 10 从蔗糖制乙醇 | 65 |
| 小品文 | 酯——食用香精和香料 | 68 |
| | 实验 11 乙酸异戊酯(香蕉油) | 70 |
| | 实验 12 水杨酸甲酯(冬青油) | 72 |
| | 实验 13 水杨酸甲酯的水解 | 75 |
| 小品文 | 脂肪和油 | 76 |
| | 实验 14 脂肪酸的气相层析法分析脂肪和油的成分 | 80 |
| 小品文 | 肥皂和洗涤剂 | 83 |
| | 实验 15 肥皂的制备 | 87 |

| | | | |
|-----|----------------------|-----------------------------------|-----|
| | 实验 16 | 一种洗涤剂的制备 | 89 |
| 小品文 | 信息素: 昆虫引诱剂和驱逐剂 | | 91 |
| | 实验 17 | N,N-二乙基间甲苯甲酰胺: 驱虫剂“一扫光” | 94 |
| 小品文 | 石油 | | 97 |
| | 实验 18 | 汽油的气相层析法分析 | 102 |
| 小品文 | 萜类和苯基丙烷类化合物 | | 104 |
| | 实验 19 | 从调味品中提取香精油 | 109 |
| | 实验 19 A | 丁子香或药椒的油 | 110 |
| | 实验 19 B | 桔萜油 | 112 |
| | 实验 19 C | 肉桂油 | 113 |
| | 实验 20 | 一个氧化-还原系统: 龙脑, 樟脑, 异龙脑 | 115 |
| 小品文 | 气味的立体化学理论 | | 122 |
| | 实验 21 | 留兰香油和黄蒿子油: (-)和(+)-香芹酮 | 124 |
| | 实验 22 | 某些烷基卤的反应活性 | 130 |
| | 实验 23 | 正丁基溴和叔戊基氯的合成 | 132 |
| | 实验操作 23 A | 正丁基溴 | 133 |
| | 实验操作 23 B | 叔戊基氯 | 135 |
| | 实验 24 | 亲核取代反应: 竞争的两个亲核试剂 | 136 |
| 小品文 | 化学反应的速率 | | 140 |
| | 实验 25 | 某些烷基卤的水解反应 | 145 |
| | 实验 26 | 环己烯 | 148 |
| | 实验 27 | 由龙脑或异龙脑制备蒎烯 | 151 |
| | 实验 28 | 三苯基甲醇和苯甲酸 | 155 |
| | 实验操作 28 A | 三苯基甲醇 | 159 |
| | 实验操作 28 B | 苯甲酸 | 160 |
| | 实验 29 | 硝基苯 | 161 |
| | 实验 30 | 苯胺 | 164 |
| | 实验 31 | 对氨基苯磺酸 | 167 |
| | 实验 32 | 对硝基苯胺 | 170 |
| 小品文 | 合成染料 | | 173 |
| | 实验 33 | 甲基橙 | 177 |
| 小品文 | 染料和织物 | | 180 |
| | 实验 34 | 染料, 织物和染色 | 186 |
| 小品文 | 食用色素 | | 191 |
| | 实验 35 | 某些染料混合物的层析法 | 195 |
| 小品文 | 聚合物和塑料 | | 198 |
| | 实验 36 | 聚合物的制备: 聚酯, 尼龙, 聚苯乙烯和聚氨基甲酸酯 | 205 |
| | 实验操作 36 A | 聚酯 | 205 |
| | 实验操作 36 B | 聚酰胺(尼龙) | 206 |

| | | | |
|-----|------------------|----------------------------|-----|
| | 实验操作 36 C | 聚苯乙烯 | 207 |
| | 实验操作 36 D | 聚氨基甲酸酯泡沫塑料 | 209 |
| 小品文 | | 自然界中的氰醇 | 211 |
| | 实验 37 | 苯偶姻缩合反应 | 213 |
| 小品文 | | 硫胺作为一种辅酶 | 215 |
| | 实验 38 | 苯偶姻的辅酶法合成 | 220 |
| | 实验 39 | 苯偶酰 | 221 |
| | 实验 40 | 二苯乙醇酸 | 223 |
| 小品文 | | 磺胺药物 | 225 |
| | 实验 41 | 磺胺药物: 磺胺, 磺胺吡啶和磺胺噻唑 | 228 |
| | 实验操作 41 A | 磺胺 (4a) | 232 |
| | 实验操作 41 B | 磺胺吡啶 (4b) | 233 |
| | 实验操作 41 C | 磺胺噻唑 (4c) | 234 |
| | 实验操作 41 D | 磺胺药物的细菌试验(任选) | 235 |
| | 实验 42 | 对氨基苯甲酸 | 236 |
| 小品文 | | 局部麻醉剂 | 240 |
| | 实验 43 | 苯佐卡因和普鲁卡因 | 243 |
| | 实验操作 43 A | 苯佐卡因 | 244 |
| | 实验操作 43 B | 普鲁卡因 | 245 |
| 小品文 | | 取代巴比妥酸 | 247 |
| | 实验 44 | 5-正丁基巴比妥酸 | 250 |
| 小品文 | | 醇醛缩合反应——醛缩酶 | 253 |
| | 实验 45 | 四苯基环戊二烯酮 | 257 |
| 小品文 | | Diels-Alder 反应和杀虫剂 | 259 |
| | 实验 46 | 四苯基邻苯二甲酸酐 | 263 |
| | 实验 47 | 二苯酮的光化学还原 | 266 |
| 小品文 | | 萤火虫和光化学 | 271 |
| | 实验 48 | 鲁米诺 (Luminol) | 274 |
| | 实验 49 | 反, 反-1,4-二苯基-1,3-丁二烯 | 277 |
| | 实验 50 | 未知物的鉴定 | 280 |
| | 实验操作 50 A | 溶解度试验 | 285 |
| | 实验操作 50 B | 检验元素 (N, S, X) 的试验 | 289 |
| | 实验操作 50 C | 检验不饱和性的试验 | 294 |
| | 实验操作 50 D | 醛和酮 | 297 |
| | 实验操作 50 E | 羧酸 | 302 |
| | 实验操作 50 F | 酚类 | 304 |
| | 实验操作 50 G | 胺 | 306 |
| | 实验操作 50 H | 醇类 | 310 |
| | 实验操作 50 I | 酯 | 313 |

| | | |
|-----|-------------------------------------|-----|
| 小品文 | 糖类 | 316 |
| | 实验 51 糖类 | 322 |
| 小品文 | 乳的化学 | 329 |
| | 实验 52 从牛奶中分离酪蛋白和乳糖 | 333 |
| | 实验操作 52 A 从牛奶中分离酪蛋白 | 335 |
| | 实验操作 52 B 从牛奶中分离乳糖 | 336 |
| | 实验 53 乳糖的变旋光作用 | 337 |
| 小品文 | 蛋白质和氨基酸 | 339 |
| | 实验 54 纸层析法和氨基酸及蛋白质的试验 | 343 |
| | 实验操作 54 A 氨基酸的纸层析法 | 345 |
| | 实验操作 54 B 蛋白质和氨基酸的试验 | 347 |
| 小品文 | 氨基酸的生物合成 | 351 |
| | 实验 55 (±)- α -苯基乙胺的合成 | 354 |
| | 实验 56 (±)- α -苯基乙胺的拆分 | 357 |

第二部分 技 术

| | | |
|-------|---------------|-----|
| 技术 1 | 溶剂和反应混合物的加热法 | 363 |
| 技术 2 | 过滤法 | 369 |
| 技术 3 | 结晶法: 固体的提纯法 | 374 |
| 技术 4 | 熔点: 纯度的一个指标 | 383 |
| 技术 5 | 萃取, 分液漏斗, 干燥剂 | 389 |
| 技术 6 | 沸点, 简单蒸馏和真空蒸馏 | 396 |
| 技术 7 | 分馏, 共沸混合物 | 406 |
| 技术 8 | 水蒸汽蒸馏 | 417 |
| 技术 9 | 压力计: 测量压力 | 422 |
| 技术 10 | 柱层析法 | 426 |
| 技术 11 | 薄层层析法 | 439 |
| 技术 12 | 气相层析法 | 448 |
| 技术 13 | 升华 | 456 |
| 技术 14 | 操作金属钠的技术 | 460 |
| 技术 15 | 旋光测定法 | 463 |
| 技术 16 | 折射法 | 467 |
| 技术 17 | 供波谱法使用的样品的制备法 | 471 |

附 录

| | | |
|------|------------|-----|
| 附录 1 | 未知物和衍生物表 | 481 |
| 附录 2 | 制备衍生物的实验操作 | 489 |

| | | |
|------|--------------|-----|
| 附录 3 | 红外光谱法 | 492 |
| 附录 4 | 核磁共振谱法 | 507 |
| 附录 5 | 光谱图索引 | 520 |
| 索引 | | 521 |

给学生的前言和忠告

欢迎你来学习有机化学！有机化学是有趣的，而且本书作者希望你证实这一点。“有趣”这个词可能被误解；它并不意味着毋需勤奋工作。相反，你应该从这门实验课程中学会许多东西，因此一定要尽力跟上整个课程。为使你能从实验课中学到尽量多的内容，有几件事必须努力去做。第一，你必须了解这本实验手册的结构以及怎样有效地使用它。它是你的学习指南。第二，要力图了解你将要做的每个实验的目的性和其中的原理。第三，有必要在每次实验课前尝试把你的时间安排得更为有效。

本教科书的结构

让我们略为端详一下本教科书的结构。书中有四节导言部分，以上的前言即是第一部分；实验室安全这一节是第二部分；预先准备和实验记录这一节是第三部分；实验用玻璃仪器这一节则是第四部分。除去这几节导言外，本教科书分成二大部分。第一部分由六十个左右实验组成，它们可作为你的实验课程的一部分。在这第一部分里点缀着许多针对性的小品文，它们提供与实验有关的背景知识。第二部分则由论述有机化学技术的一系列颇为详尽的指导和说明所组成。尽管实验本身似乎并未对有机化学的常规技术作详细指导，但这些技术实际上确是广泛地显现和使用在实验中的。它们显现和使用在实验的上下文中。你将会在每个实验中发现有题为“特别指导”的一节，它向你指出了为完成该实验你必须学习哪些技术。这一节还列出了特别的安全注意点和对学生的具体指导。本书附录部分由讨论红外光谱和核磁共振谱的几节组成。第一部分中虽然仅有少数几个实验特别规定要用这些波谱技术，但这些技术可以几乎没有什么困难地由你的指导教师把它们结合进实验中去。

预先准备

早些时候我们曾告诉你，你得尽力跟上课程，全面地学会有机实验课中预期要学的内容。这意味着你不应该像一个新厨师照烹饪书做菜那样地去对待这些实验。你在进实验室时一定要利用你的时间的计划并应对你准备做的事有一定理解。一个真正优秀的厨师不会用手指指着烹饪法一行一行地依样画葫芦，也不会有一个机修工一手拿着说明书一手拿着扳手修理你的汽车。此外，你若没有理解实验指导的意义就想盲目地照着它做，就不会学到很多东西。因此，必须着重地指出，一定要准备好了才进实验室去。

如遇不懂的项目或技术，就应提问，不要犹豫。由于别的学生并不总是回答得很可靠，你应该问指导教师或实验室助理。如果靠你自己解决问题，也就会学得更多些。不要依赖别人代你思考。

你应立即阅读题为“预先准备和实验记录”这一节。虽然你的指导教师无疑可能有

他自己偏爱的安排,但这里的大部分材料对你学会预先建设性地去考虑实验是有帮助的。你还得学会保存**供你自己用的**完善的记录,不管实验结果如何。如果你能尽快读完第二部分中至少开头的四种技术,也将是一种节约时间的办法。这些技术是本教科书中所有实验的基础。实验课几乎一开始就要立即做实验,因此全面熟悉这一部分材料可使你节约许多宝贵的实验时间。你还应阅读有关安全的一节。关于在实验室中应做什么和不应做什么的知识具有最大重要性,因为实验室中确有许多潜在的危险与此有联系。

安 排 时 间

正如本前言中的预先准备一节中提到的,你甚至在第一次实验课集会之前就应该读完本书的好几章。此外,应在每次小班集会前就仔细阅读好指定要做的实验。读过该实验后,就应明智地安排你的时间。你往往可以同时做一个以上的实验。像糖的发酵实验,在实际实验的一星期前要花几分钟时间作事先准备。可能要在另外的时间里把前一个实验未完成的细节加以补足。例如,最初得到产品后通常不可能立即就测定其正确的产率或熔点。必须除尽这种产品中的溶剂以便得到正确的重量或熔程;它们必须经过“干燥”。这种“干燥”通常便是把产品放置在你的实验桌内一个敞开的容器中。然后,在你下一次实验的时间表中一有空隙时,即可用业已干燥的样品测定这些待补的数据。

目 的

有机化学实验的主要目的是将一个与有机化学品打交道的人应必备的基本技术教你。你将学会操作对每个研究实验室来说都是基本的装置。你还将学会分离和提纯有机化合物所必需的技术。如果有合适的实验包括在你的实验课程中,你还可能会学到怎样鉴定未知化合物。实验本身仅是学习这些技术的一种媒介。第二部分中的各章技术乃是这本教科书的核心,你得全面掌握它们。你的指导教师可能作些实验讲授或示范以说明这些技术,但重担得由你自己挑,要通过使自己熟悉这几章技术而牢牢掌握它们。指导教师是无法事事都加以说明或示范的。

在编选实验时,只要有可能,我们就尝试使实验成为相互有关联的,而更重要的是使它们成为有趣的。为此目的,我们试图使这些实验成为具有触类旁通的作用,从它们获得的经验可用来了解另一类型的实验。在大多数实验前都有一篇背景性的小品文作为开端,我们希望这种小品文能说明事情的来龙去脉,并向你提供一些新的信息。我们希望向你指明,有机化学是无处不在的(药物、食品、塑料、香料等等)。我们很可能未在本书中取得完美的成功,但我们已作了一个良好开端。我们希望有机化学本身是本教科书的占优势的方面,也希望预期想要达到的成就的水平一点也没有降低。通过本课程的学习,你应在有机实验技术方面变得训练有素。我们是热心于我们这本教科书的,同时也希望你能以同样的精神投身其中。大家都将得到乐趣。让我们一起干吧!

D. L. 帕维亚

G. M. 兰普曼

G. S. 小克里兹

实验室安全

任何实验课程中,事前要准备的最重要的一件事是通晓实验室安全的某些基本原则。任何化学实验室,特别是有机化学实验室,都可能是一个危险的工作场所。懂得该做什么和该做什么,这对于你有重要作用,可使危险性降至最低限度。避免事故始终是上策。要记住,如果发生严重事故,就将无法挽回,再也没有弥补的机会了。

眼睛的安全

最首要的是,要一直戴上合格的安全眼镜或护目镜。只要是在实验室里,就要戴上这种防护眼睛的工具。即使你实际上不在进行实验,你近旁的人也可能发生殃及你的眼睛的事故,因此眼睛的防护极为重要。甚至在洗涤器皿时也会发生危险。曾有这样的情况:某人在洗涤玻璃仪器时,只是由于一粒未被觉察的活性物质发生爆炸,玻璃碎片就溅入了他的眼睛。为了避免这类事故,始终戴上你的安全眼镜是明智的。

如果你的实验室有喷水洗眼器,你就应该记住最靠近你的那个洗眼器的位置。万一任何化学品进入你的眼睛,就应立即到喷水洗眼器处去,并用大量水冲洗眼和脸部。如果实验室里没有喷水洗眼器,通常至少总有一只配有一段软水管的洗涤槽。打开水龙头时,可用这根软管向上瞄准或直接浇在脸部,这样它的作用就非常像一只喷水洗眼器了。

火 灾

其次一件重要的事是必须强调小心用火。由于有机化学实验课程一直要与易燃的有机溶剂打交道,着火的危险经常存在。鉴于这种危险,不准在实验室内吸烟。此外,当你点燃火柴或使用明火时,要寄以极大的警惕性。要经常看看你两旁的、隔着实验桌的以及在你后面的人是否正在使用易燃溶剂,如果有的话,你就得推迟用火或者搬到安全场所,例如通风橱内,去用明火。

为了在万一着火时保护你自己,要一开始就记住最近的灭火器、灭火喷淋器以及灭火毯子的所在地。必须学会怎样使用这些安全设备,尤其是灭火器。指导教师可把灭火器的使用法表演给你看。

如果着火了,劝你最好**离开着火处**,请指导教师或实验室助理去处理,切勿惊慌!在采取行动前应先想一想,这绝不算浪费时间。若是烧瓶上的小火,通常只需用一块石棉网或表玻璃盖住瓶口即可迅速将其熄灭。当用火时,手头备一块石棉网或表玻璃是一种好习惯。如果这一办法无济于事且不能很快得到有经验的人的帮助,你就得自己用灭火器灭火。

万一你的衣服着了火,切勿奔跑,而要**有目的地**走向最近的灭火毯或灭火喷淋器。奔跑等于扇火,使火更烈。用灭火毯把你自己包住,火会很快熄灭。

因疏忽而混错的化学品

为避免不必要的火险和爆炸，切勿把任何试剂倒回储瓶。常常会因偶尔不慎把某种异物倒回储瓶而使该异物与储瓶内的化合物反应，造成爆炸的局面。当然，把试剂倒回储瓶会引进杂质，这就可能使下一个人用这种试剂所做的实验报废。因此，将药品倒回储瓶不但是个危险的习惯，也是不替别人着想的举动。

未经准许的实验

绝不要做任何未经准许的实验，因为由此引起的事故的机会很高，特别是未经彻底检查过其危险性的实验。

在实验室内吃东西

由于所有化合物都有一定程度的毒性，因此决不要在实验室里食用任何东西以免偶尔摄入有毒物质。不管是吃是饮，都有可能将具有潜在危险的物质纳入体内。

鞋 子

在实验室里要始终穿上鞋。就此而言，即使露趾鞋或凉鞋均不能作为防止化学品或碎玻璃溅及脚上的工具。

有机溶剂：它们的危险性

关于有机溶剂，应该记住的最重要之点是许多有机溶剂**易燃**，遇明火或点燃的火柴时就会燃烧。要记住的第二个重要之点是许多有机溶剂**有毒**。例如许多含氯有机溶剂累积于人体内时使肝变质，与饮服酒精过多所致的肝硬化类似。人体不易排出含氯有机溶剂，也不能将它们**解毒**，因此经过一段时期后它们累积起来，造成危害。要**最大限度减少与溶剂接触**。经常、过分地接触苯可能会造成白血病。切莫因气味好闻而去嗅它，切莫让它溅到身上。许多其它溶剂，例如氯仿和乙醚，是良好的麻醉剂，你若过多吸入这种溶剂就会睡去。随后还会使你**恶心**。许多这类溶剂是酒精的**增效剂**，增强酒精的效力。吡啶能使人**暂时乏力**。换言之，有机溶剂的危险性与硫酸之类的腐蚀性化学品不相上下，但有机溶剂以别的更为隐蔽的方式显示其危险性。要最大限度地减少与溶剂直接接触，处理时切莫掉以轻心。实验室应妥善通风。在正规、小心的操作下，有机溶剂应当不致造成任何健康问题。然而，如果想用开口烧瓶蒸发掉一种溶剂，这种蒸发操作就非得在通风橱中进行不可。剩余溶剂应排入通风橱内的下水道，或者倒入专供盛装废溶剂的容器中，不可倒入工作台旁的排水沟中。

万一真的想要检验一下某一物质的气味时，切忌吸入太多该物质。奉劝**不要用**闻花

香的方式；这可能使吸入化合物的数量达到危险程度。而是要采用一种闻某种微量物质气味的技术。应该将一只被该物质湿润了的塞子(如果该物质是液体的话)在你的鼻子下一晃而过。另一种办法是将该物质离你远些握住，用手煽动使其蒸气飘向于你。但切忌用鼻子凑在容器上深深地吸气。

火 的 使 用

纵然有机溶剂往往易燃(例如己烷、乙醚、二噁烷、甲醇、丙酮、石油醚)，但仍有某些实验操作可以用火。这些操作大都涉及处理水溶液。实际上，作为一种通则来说，火焰只应用于加热水溶液。大多数有机溶剂的沸腾温度远比水沸点(100℃)低，故宜用蒸汽浴加热这些溶剂。在技术1的表1.1中列出了一张常用有机溶剂的表，其中用黑体字印的溶剂都会燃烧。乙醚、戊烷和己烷尤其危险，因为它们与适量空气混合时会发生爆炸。

某些常识性的规则适用于在易燃溶剂存在下用火的场合。要再次强调一下，在你点燃任何明火之前必须瞻前顾后，察看邻近有无任何人正在使用易燃溶剂。如果有人在使用这类溶剂，就搬到一个安全的场所，然后再点火。记住：**如果溶剂的沸点在80—85℃以下，应用蒸汽浴加热。**排水沟或洗涤槽绝不应作为丢弃易燃溶剂之用。如果丢弃的是低沸点溶剂，它们就会蒸发并在沿实验台往下流入阴沟的途中可能遇到火焰。如果感到在你的实验台上用火似欠谨慎，就搬到安全场所去做实验。安全地加热溶剂的办法将在技术1中作详细讨论。

急救：割伤，小部烧伤，酸、碱灼伤

如遇任何化学品进入眼内，立即用大量水冲洗。如能用微微温热的水则更好。一定要保持眼皮张开。应如此持续冲洗15分钟。

割伤时，如果没有特别指示你要按别的办法做，就用水充分洗清伤口。必要时压紧伤口止住流血。

因火焰或因触及灼热物体所致的小部烧伤可通过立即将烧伤部分浸入冷水或冰中约5分钟以减轻疼痛。奉劝勿在烧伤处涂药膏。严重烧伤必须请医生检查和处理。

如遇化学药品灼伤，应先将其中和。被酸灼伤时，建议用碳酸氢钠稀溶液。被碱灼伤时，则可用以下的弱酸稀溶液来中和碱：2%醋酸溶液，25%醋溶液，或1%硼酸溶液。极大多数设备良好的实验室总是备有这些安全溶液并把它们装在标有明显的“供酸灼伤用”和“供碱灼伤用”标记的容器内。你必须记住这些安全溶液的位置。当用碳酸氢钠或稀酸溶液处理完后，用水冲洗患部10至15分钟。不得将安全溶液用于化学目的，如果你这样做了，那么真正需要它们时就无法得到了！

预先准备和实验记录

在“给学生的前言”这一节中，已经提到了预习对于实验室中完成实验的重要性。在本章中，要向你提出一些关于在预习中应该设法获得些什么针对性的情报的建议。大部

分这种情报应在准备你的笔记时就加以掌握，因此预习和做笔记这两个问题就在这里同时显现出来了。

任何实验室经验中有一点是很重要的，那就是要学会保存所做每个实验和每个所得数据的非常完备的记录。司空见惯的是，由于数据记录得不仔细，结果造成错误、挫折、以及因不必要地重复实验而浪费时间。当需要写报告时，恰当收集和记录的数据对于写报告有很大帮助。在本实验教程中除了应学会良好的实验技术和进行基本实验操作所需的方法外，还应学会的许多事情有：

1. 怎样仔细地记下数据
2. 怎样记录有关现象
3. 怎样有效地使用时间
4. 怎样估价你的实验方法的效率
5. 怎样规划你所要制取的物质的分离和提纯

由于有机反应实质上很少能定量完成，这就引起了一些特殊问题。为了提高产物的得量，往往不得不使用大过量的试剂。此外，有的试剂较贵，这就不得不考虑这些物质的用量。更经常的是发生的反应比你所要求的多得多。除了所要的产物外，这些额外反应，或称副反应，又会形成别的产物。这就叫做副产物。由于这些原因，在你开始做实际的实验前，有必要仔细地设计实验操作步骤。

笔 记 本

为记录实验过程中的数据，需用一本装订好的笔记本。这本笔记本应标有连续页码。如果没有，应立即标上。用螺旋丝拴起来的笔记本或任何别的类型的、纸张容易脱卸的笔记本都不合用，因为纸张遗失的可能性较大。

应把所有的原始数据都记在笔记本里。纸巾、餐巾、卫生纸、便条纸等都可能遗失或损坏。将原始记录记在这类不耐久的纸上是在实验室里的一种坏习惯。数据都必须用不褪色的墨水写。如果使用可被洗掉的墨水记录数据，则可能由于这种墨水不能在同桌一个邻近学生所造成的一大滩水中幸存下来，从而使重要数据从笔记本上消失而导致挫折。由于需在实验过程中经常使用笔记本，它很可能被弄脏或沾上化学品，或充满着勾勾划划的条目，或甚至被火略微烧焦，这些损坏都属意料中的事。

你的指导教师可能随时想要检查你的笔记本，因此总应随时记下最新的记录。然后可用实验笔记本上所记的材料写报告，如果指导教师要求这样做的话。

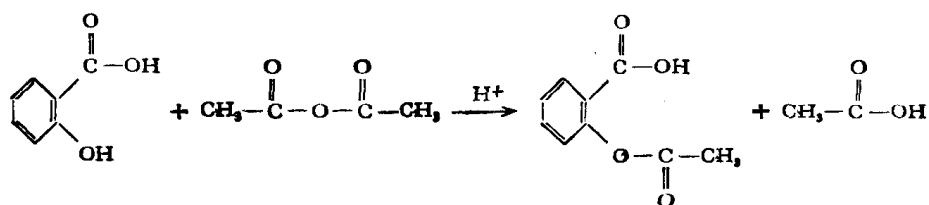
笔记本的格式：预先准备

笔记本的格式可因指导教师的喜爱不同而大有出入。这些全由各人的不同的宗旨和经验所决定。你得从你自己的指导教师处获得关于记笔记的独特指导。但就大多数笔记本的格式来说，有些地方是共同的。以下所讨论的便是一本典型的笔记本可能包括的内容。

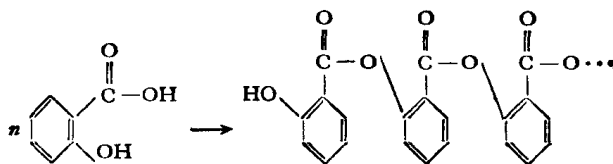
如果对于实验操作及其依据的理论理解得非常透彻，就可在实验室内节约大量时间。

进实验室前就了解主要反应、潜在的副反应、反应机理、化学计量以及操作步骤,会有很大帮助。理解将所要的产物从不要的物料中分离出来的实验操作,也是很重要的。在进实验室前,通过对这些项目中的每一项目的检查,就为有效地完成实验作好了准备。要把装置和试剂在使用前就准备好。你的参考资料应就在手头上,以备需要时查阅。最后,为了有效地安排时间,可利用长时间的反应或回流时间去完成其它工作,诸如做些较短的实验或结束以前的实验等。

对于那些从别的试剂合成一个化合物的实验,即**制备实验**来说,了解主反应极为重要。为了方便随后必须完成的化学计量方面的计算起见,要把主反应的方程式配平。因此,在开始实验前,你的笔记本中应包括有关反应的平衡方程式。以阿司匹灵(实验1)为例,你应写上:



可能使试剂转变成沾染物(副产物)的副反应,如果已知的话,也应在开始实验之前就把它们记在笔记本上。这些副产物将会在主产物的提纯过程中被分离。就阿司匹灵的制备来说,主要副反应是水杨酸自相反应形成高聚物:



在笔记本中还应包括其它的预先准备。必须查验反应的化学计量学以及实际的实验操作,以确定**极限试剂**。所谓极限试剂是指不过量的、而且产物的总产率是根据它来计算的试剂。以后你将需用这方面的知识作为计算产率的基础。在阿司匹灵这个实验中,极限试剂是**水杨酸**。诸如熔点、沸点、分子量以及密度等有用的数据也可能需要将其记下。这些数据可在以下来源中找出:**Handbook of Chemistry and Physics**、**The Merck Index**, 或 Lange 著: **Handbook of Chemistry**。

在预先的准备工作中,可能还要包括考察一些虽然不一定要记在笔记本中,但对理解实验却很有用的项目。这些项目包括对反应机理的了解,对可被用来制取同一化合物的其它方法的考察,以及对实验操作的详细研究。许多学生发现,在实验课**前**预先准备好一张操作大纲能帮助他们在实验开始后更有效地利用时间。这种大纲写在活页纸上就很好,不必写在笔记本上。

反应一旦完成,所要的产物不会魔术般地以纯物质出现;相反,它必定要从往往是很复杂的,由副产物、未反应的原料、溶剂和催化剂组成的混合物中分离出来。你应尝试在笔记本里概要地写出一个从沾染物分离出这个产物的方案。每做一步都应试图理解实验操作中所指出的特定指导的理由。这不仅能使你熟悉有机化学中所用的基本分离和提纯技术,而且也有助于你深入了解何时使用这些技术。此类纲要可以采用流程图的方式,其