

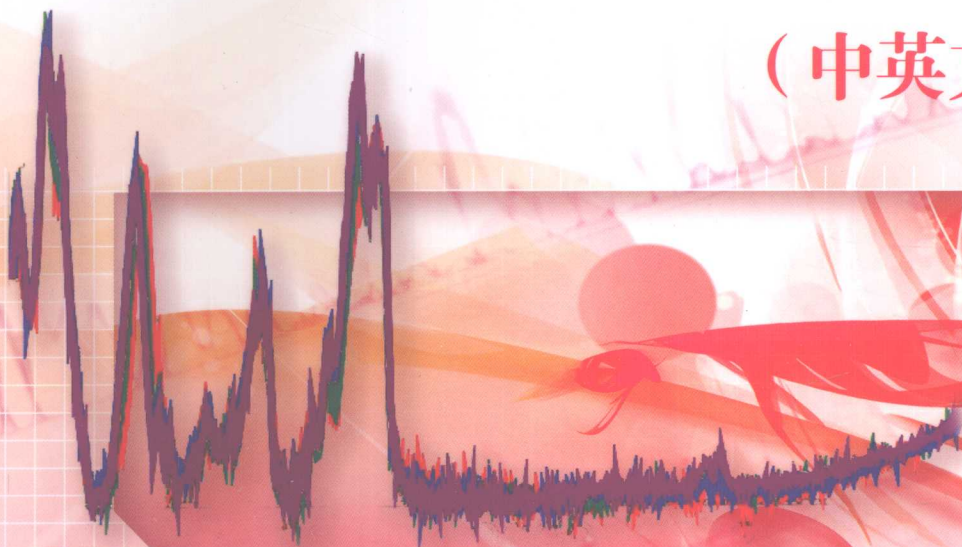
高等学校规划教材

半微量有机化学实验

第二版

李英俊 孙淑琴 编著

(中英文对照)



化学工业出版社

高等学校规划教材

半微量有机化学实验

第二版

(中英文对照)

李英俊 孙淑琴 编著



化学工业出版社

· 北京 ·

本书在第一版基础上修订,增加了多步合成实验内容,补充了新研制的半微量实验装置,对实验操作技能及合成实验增加了英文对照的内容。全书包括有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作、有机化合物的反应与制备三个部分。其中基本操作实验 19 个,反应与制备实验 46 个及必要的实验参考数据等。

本书可作为高等师范院校、综合性大学、工、农、医等院校化学系本科生教材,也可供从事相关专业的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

半微量有机化学实验/李英俊,孙淑琴编著. —2 版.

北京:化学工业出版社,2009.8

高等学校规划教材

ISBN 978-7-122-05732-7

I. 半… II. ①李…②孙… III. 半微量有机合成-化学实验-高等学校-教材 IV. 0621.3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 100673 号

责任编辑:何丽 徐雅妮

文字编辑:向东

责任校对:顾淑云

装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张 19¼ 字数 509 千字 2009 年 8 月北京第 2 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:33.00 元

版权所有 违者必究

第二版前言

《半微量有机化学实验》自第一版出版以来，已经使用五年。本书是根据近年来有机化学实验教学内容的更新及教学改革实践，并结合广大读者使用该书第一版所反馈的意见进行修订的。

1. 本版保持了第一版的体系和特色，全书仍分为有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作、半微量有机化合物的合成实验三大部分。半微量有机化合物的合成实验所用试剂仍采用半微量，符合“绿色化学”的思想，满足环境保护的要求。

2. 对个别实验内容做了调整和补充，对一些欠准确之处做了修正。与第一版相比，第三章的实验数目由 58 个增加至 65 个。其中甲烷的制备与性质、乙烯的制备与性质 2 个实验，是为了满足师范院校学生教学实践的需要所设置的，同时对实验装置也进行了相应的改进，以适应课堂演示实验的需要。为了满足扩大招生和开放实验室的要求，又增加了 4 个合成实验和 1 个多步合成实验。

3. 为了推动有机化学实验双语教学课程建设，使学生在掌握有机化学实验技能的同时，提高专业英语水平，本书在编写过程中融入双语教学内容。对第三章的 65 个实验增加了相应的英文表述。这为学生今后直接使用英语从事科学研究、阅读英文文献及撰写科技论文打下基础。

此外，在附录 7 中还列出了实验室仪器名称英文对照，以便查阅。

本书为方便教学，另配有实验指导（电子文件），有需要的教师可与作者联系，chem-lab.lnnu@163.com

本书可作为高等师范院校、综合性大学、工农医等院校化学系本科生教材，也可供从事相关专业的科技人员参考。

限于编者水平，书中不妥之处在所难免，恳切期望专家和读者批评指正。

编 者

2009 年 4 月于大连

第一版前言

“绿色”已经成为 21 世纪的一个重要词语，其含义不再仅仅是对一种颜色的表述，而是具有了社会、经济、生产、文化等各方面的内涵，“绿色化学”、“绿色食品”等词语已经频繁出现在各种媒体上，“绿色化学”尤其引起了社会各界的瞩目。

化学实验是大学化学教育的重要组成部分，也是产生污染的源头，因为实验室中使用的试剂种类、数量较多，污染物成分较复杂，并且废物处理一般费用较高。同时随着扩大招生，学生人数的增多也导致实验室的排污量增大，所以实施化学实验的“绿色化”势在必行。

有机化学实验用的多半是易燃、毒性较大的药品，这些药品极易产生对人体和环境有害的物质，因而减少有机实验中“三废”排放量、提高经济效益和环保效益、保证实验室安全等，已成为一个十分重要的问题。半微量有机化学实验正体现了近年来国际和国内化学界以“绿色化学”理念预防化学污染的新思想。近年来，国内外已有许多高等院校都相继开设了半微量有机化学实验。作为“绿色化学”的一项实验方法与技术，半微量有机化学实验具有节约药品、节省经费、缩短实验时间、安全、便捷、减轻环境污染、节省能源等几大优点。

鉴于此，为了加强和提高学生的操作技能、培养学生的创新思维和环保意识，我们在多年半微量有机化学实验的教学经验基础上，参考国内外有关资料，编写了这本半微量有机化学实验教材，以满足教学需要。本书有如下几个特点。

1. 所有实验使用的试剂均为半微量（本书固体、液体主要反应原料一般为 1~5g），能够满足基础有机化学实验课程教学的需要，符合“绿色化学”的思想，满足环境保护的要求。

2. 增加了自行设计的水蒸气蒸馏与重结晶单元半微量化的实验装置。

3. 引入了超声波辐射法合成、光化学合成、电化学合成、相转移催化合成等新的有机合成技术。

4. 增加了多个适合于专业基础课教学的多步合成实验内容，以使学生的实验设计能力、操作能力等得到较大的提高。

本书包含有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作、半微量有机化合物的合成实验三大部分。半微量有机化合物的合成实验中列入了 58 个实验。书末附有各类实验参考数据，以便查阅。

本书可作为高等师范院校、综合性大学、工农医等院校化学化工及相关专业的本科生教材，也可供从事相关专业的科技人员参考。

限于编者水平，书中不妥之处在所难免，恳切期望专家和读者批评指正。

编者

2004 年 11 月于大连

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室的安全知识	1
1.2.1 实验室的安全守则	2
1.2.2 实验室事故的预防、处理和急救	2
1.3 有机化学实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	5
1.3.1 实验记录本	5
1.3.2 实验预习	5
1.3.3 实验记录	5
1.3.4 实验报告的基本要求	8
1.3.5 总结讨论	8
1.4 有机化学实验常用仪器、实验装置及设备	9
1.4.1 玻璃仪器	9
1.4.2 金属用具	12
1.4.3 常用实验装置	12
1.4.4 仪器的选择	14
1.4.5 仪器的装配与拆卸	14
1.4.6 电器设备	15
1.4.7 其他设备	17
1.5 常用半微量有机化学实验制备仪器	19
1.6 常用玻璃器皿的洗涤和保养	20
1.6.1 玻璃器皿的洗涤	20
1.6.2 玻璃仪器的干燥	20
1.6.3 常用仪器的保养和清洗	21
第 2 章 有机化学实验基本操作	22
2.1 加热与冷却	22
2.1.1 加热与热源	22
2.1.2 冷却	23
2.2 干燥与干燥剂	24
2.2.1 基本原理	24
2.2.2 液态有机化合物的干燥	24
2.2.3 固体有机化合物的干燥	27
2.2.4 气体的干燥	28
2.3 塞子的钻孔和简单玻璃工操作	28
2.3.1 塞子的钻孔	28
2.3.2 简单玻璃工操作	29
2.4 熔点的测定	31
2.4.1 基本原理	32
2.4.2 测定熔点的方法	32
2.4.3 注意事项	36
2.5 沸点的测定	37
2.5.1 基本原理	37
2.5.2 测定沸点的方法	37
2.5.3 注意事项	37
2.6 蒸馏	38
2.6.1 基本原理	38
2.6.2 蒸馏装置	39
2.6.3 蒸馏操作	39
2.6.4 注意事项	40
2.6.5 蒸馏操作练习	41
2.7 分馏	41
2.7.1 分馏原理	41
2.7.2 影响分馏效率的因素	43
2.7.3 分馏装置	43
2.7.4 操作方法	44
2.7.5 分馏操作练习	44
2.7.6 注意事项	44
2.8 共沸蒸馏	45
2.8.1 基本原理	45
2.8.2 共沸蒸馏装置	46
2.9 减压蒸馏	46
2.9.1 基本原理	46
2.9.2 减压蒸馏装置	47
2.9.3 减压蒸馏操作要点	50
2.9.4 注意事项	50
2.10 水蒸气蒸馏	51
2.10.1 基本原理	51
2.10.2 馏出液组成的计算	51
2.10.3 水蒸气蒸馏装置	52
2.10.4 操作方法	54
2.10.5 注意事项	54
2.11 萃取	54
2.11.1 基本原理	55
2.11.2 操作方法	56
2.12 重结晶	59
2.12.1 基本原理	59
2.12.2 操作方法	59
2.12.3 重结晶提纯的操作练习	62
2.12.4 注意事项	63
2.13 升华	65
2.13.1 基本原理	65
2.13.2 实验操作	65

2.14 旋光度的测定	66	实验 23 五乙酸葡萄糖酯的合成	118
2.14.1 旋光仪的结构	67	3.6 坎尼扎罗反应	119
2.14.2 旋光度的测定方法	68	实验 24 呋喃甲酸和呋喃甲醇的合成	119
2.14.3 注意事项	69	实验 25 苯甲酸和苯甲醇的合成	121
2.15 折射率的测定	69	3.7 缩合反应	121
2.15.1 基本原理	69	实验 26 肉桂酸的合成	121
2.15.2 阿贝 (Abbe) 折射仪	70	实验 27 乙酰乙酸乙酯的合成	123
2.16 色谱法	72	3.8 氧化还原反应	125
2.16.1 柱色谱	73	实验 28 环己酮的合成	125
2.16.2 薄层色谱	77	实验 29 己二酸的合成	126
2.16.3 纸色谱	81	实验 30 苯甲酸的合成	127
2.17 谱学分析技术	81	实验 31 对甲苯胺的合成	127
2.17.1 红外光谱	82	实验 32 二苯甲醇的合成	128
2.17.2 核磁共振谱	87	3.9 重氮化反应	129
第 3 章 半微量有机化合物的合成		实验 33 对氯甲苯的合成	130
实验	91	实验 34 甲基橙的合成	132
3.1 烷烃和烯烃的制备	91	3.10 Diels-Alder 反应	133
实验 1 甲烷的制备与性质	91	实验 35 环戊二烯与马来酸酐的反应	133
实验 2 乙烯的制备与性质	92	实验 36 环戊二烯与对苯醌的反应	135
实验 3 环己烯的合成	94	实验 37 蒽与马来酸酐的反应	136
3.2 卤代烃的制备	94	3.11 相转移催化反应	136
实验 4 溴乙烷的合成	95	实验 38 7,7-二氯二环 [4.1.0] 庚烷的 合成	137
实验 5 正溴丁烷的合成	96	实验 39 对甲苯硫代乙酸的合成	138
实验 6 2-氯丁烷的合成	97	3.12 超声波辐射反应	138
实验 7 2-甲基-2-氯丙烷的合成	98	3.12.1 格氏反应	138
3.3 醚的制备	98	实验 40 三苯甲醇的合成	139
实验 8 乙醚的合成	99	实验 41 2-甲基-1-苯基-2-丙醇的合成	141
实验 9 正丁醚的合成	100	3.12.2 羟醛缩合反应	142
实验 10 苯乙醚的合成	102	实验 42 苯亚甲基苯乙酮的合成	142
实验 11 β -萘乙醚的合成	103	3.13 鲁卡特反应	143
3.4 傅-克反应	104	实验 43 (±)- α -苯乙胺的合成	143
实验 12 苯乙酮的合成	106	3.14 外消旋体的拆分	144
实验 13 二苯甲酮 (酰基化法) 的 合成	107	实验 44 (±)- α -苯乙胺的拆分	145
实验 14 二苯甲酮 (烷基化法) 的 合成	109	3.15 光化学反应	146
实验 15 2-叔丁基对苯二酚的合成	110	实验 45 苯频哪醇的合成	147
3.5 酯化反应	110	实验 46 苯与马来酸酐的反应	148
实验 16 乙酸乙酯的合成	111	3.16 有机电化学反应	149
实验 17 乙酸正丁酯的合成	112	实验 47 碘仿的合成	149
实验 18 乙酸正戊酯的合成	113	3.17 天然产物的提取	150
实验 19 乙酸异戊酯 (香蕉油) 的合成	113	实验 48 从茶叶中提取咖啡因	150
实验 20 苯甲酸乙酯的合成	114	3.18 金属有机化合物的制备	152
实验 21 乙酰水杨酸 (阿司匹林) 的合成	115	实验 49 二茂铁的合成	152
实验 22 水杨酸甲酯 (冬青油) 的 合成	116	3.19 维悌希 (Wittig) 反应	153
		实验 50 (E)-1,2-二苯乙烯的合成	154
		3.20 霍夫曼酰胺降解反应	156
		实验 51 邻氨基苯甲酸的合成	156

3.21 多步合成	157	ether	186
3.21.1 以苯酚为原料的多步合成	157	Experiment 10 Preparation of phenetole (ethyl phenolate)	188
实验 52 苯氧乙酸的合成	157	Experiment 11 Preparation of β -naphthyl ethyl ether	189
实验 53 4-碘苯氧乙酸的合成	159	3.4 The Friedel-Crafts reaction	191
3.21.2 以甲苯为原料的多步合成	160	Experiment 12 Preparation of acetophe- none	193
实验 54 间硝基苯甲酸乙酯的合成	160	Experiment 13 Preparation of benzophenone (Friedel-Crafts acylation method)	195
3.21.3 以苯胺为原料的多步合成	161	Experiment 14 Preparation of benzophenone (Friedel-Crafts alkylation method)	196
实验 55 乙酰苯胺的合成	162	Experiment 15 Preparation of 2- <i>t</i> -butyl hydroquinone	198
实验 56 对溴乙酰苯胺的合成	163	3.5 Esterification reaction	199
实验 57 对溴苯胺的合成	164	Experiment 16 Preparation of ethyl acetate	200
实验 58 对硝基乙酰苯胺的合成	165	Experiment 17 Preparation of <i>n</i> -butyl acetate	201
实验 59 对硝基苯胺的合成	166	Experiment 18 Preparation of <i>n</i> -pentyl acetate (<i>n</i> -amyl acetate) ...	202
3.21.4 以对甲苯胺为原料的多步 合成	166	Experiment 19 preparation of isoamyl acetate (banana oil)	203
实验 60 对甲基- <i>N</i> -乙酰苯胺的合成	167	Experiment 20 Preparation of ethyl benzoate	204
实验 61 对氨基苯甲酸的合成	167	Experiment 21 Preparation of acetylsalicylic acid (aspirin)	205
3.21.5 以苯甲醛为原料的多步合成	168	Experiment 22 Preparation of methyl salicylate (oil of wintergreen)	207
实验 62 安息香的合成	168	Experiment 23 Preparation of glucose pentaacetate	209
实验 63 二苯基乙二酮的合成	170	3.6 The Cannizzaro reaction	210
实验 64 5,5-二苯基乙内酰脲的合成	171	Experiment 24 Preparation of 2-furoic acid and 2-furancarbinol	211
实验 65 赤-1,2-二苯基-1,2-乙二醇的 合成	172	Experiment 25 Preparation of benzoic acid and benzyl alcohol	213
Chapter 3 Semimicro Synthetic Experiment of Typical Organic Compounds	173	3.7 Condensation reaction	214
3.1 Preparation of alkanes and alkenes	173	Experiment 26 Preparation of cinnamic acid	214
Experiment 1 Preparation and properties of methane	173	Experiment 27 Preparation of ethyl acetoacetate	216
Experiment 2 Preparation and properties of ethylene	175	3.8 Oxidation and reduction reaction	219
Experiment 3 Preparation of cyclohex- ene	176	Experiment 28 Preparation of cyclohexanone	219
3.2 Preparation of alkyl halides	177		
Experiment 4 Preparation of ethyl bromide	178		
Experiment 5 Preparation of <i>n</i> -butyl bromide	179		
Experiment 6 Preparation of 2-chloro- butane (<i>sec</i> -butyl chlo- ride)	181		
Experiment 7 Preparation of 2-methyl- 2-chloropropane (<i>t</i> -butyl chloride)	183		
3.3 Preparation of ethers	184		
Experiment 8 Preparation of diethyl ether	184		
Experiment 9 Preparation of <i>n</i> -butyl			

Experiment 29	Preparation of adipic acid	220	Experiment 45	Preparation of benzo pinacol	251
Experiment 30	Preparation of benzoic acid	222	Experiment 46	Addition of benzene to butenedioic anhydride (maleic anhydride)	253
Experiment 31	Preparation of <i>p</i> -toluidine	223	3. 16	Organic electrochemical reaction	254
Experiment 32	Preparation of benzhydrol (diphenyl carbinol)	224	Experiment 47	Preparation of iodoform	254
3. 9	Diazo reaction	225	3. 17	Isolation of natural product	255
Experiment 33	Preparation of <i>p</i> -chlorotoluene	226	Experiment 48	Isolation of caffeine from tea	256
Experiment 34	Preparation of methyl orange	229	3. 18	Preparation of organometallic compound	259
3. 10	The Diels-Alder reaction	232	Experiment 49	Preparation of ferrocene	259
Experiment 35	The Diels-Alder reaction of cyclopentadiene with maleic anhydride	232	3. 19	The Wittig reaction	261
Experiment 36	The Diels-Alder reaction of cyclopentadiene with 1,4-benzoquinone	233	Experiment 50	Preparation of (<i>E</i>)-1,2-diphenylethene (stilbene)	262
Experiment 37	The Diels-Alder reaction of anthracene with maleic anhydride	235	3. 20	Hofmann degradation reaction	264
3. 11	Phase-transfer catalytic reaction	236	Experiment 51	Preparation of anthranilic acid (2-aminobenzoic acid)	264
Experiment 38	Preparation of 7,7-dichlorobicyclo [4. 1. 0] heptane (7,7-dichloronorbornane)	236	3. 21	Multistep synthesis	266
Experiment 39	Preparation of <i>p</i> -methyl phenylthioacetic acid	238	3. 21. 1	The multistep synthesis of 4-iodophenoxyacetic acid from phenol	266
3. 12	Ultrasonic radiation reaction	239	Experiment 52	Preparation of phenoxyacetic acid	267
3. 12. 1	The Grignard reaction	239	Experiment 53	Preparation of 4-iodo phenoxyacetic acid	268
Experiment 40	Preparation of triphenylmethanol (triphenylcarbinol)	239	3. 21. 2	The multistep synthesis of ethyl 3-nitrobenzoate from toluene	269
Experiment 41	Preparation of 2-methyl-1-phenyl-2-propanol	243	Experiment 54	Preparation of ethyl 3-nitrobenzoate	269
3. 12. 2	Aldol condensation reaction	244	3. 21. 3	The multistep synthesis of <i>p</i> -bromoaniline and <i>p</i> -nitroaniline from aniline	270
Experiment 42	Preparation of benzalacetophenone	244	Experiment 55	Preparation of acetanilide	271
3. 13	Leuckart Reaction	245	Experiment 56	Preparation of <i>p</i> -bromoacetanilide	272
Experiment 43	Preparation of (±)- α -phenylethylamine	246	Experiment 57	Preparation of <i>p</i> -bromoaniline	273
3. 14	Resolution of racemic compound	248	Experiment 58	Preparation of <i>p</i> -nitroacetanilide	274
Experiment 44	Resolution of (±)- α -phenylethylamine	248	Experiment 59	Preparation of <i>p</i> -	
3. 15	Photochemical reaction	250			

nitroaniline	276
3. 21. 4 The multistep synthesis of <i>p</i> -aminobenzoic acid from <i>p</i> -toluidine	276
Experiment 60 Preparation of <i>N</i> -acetyl- <i>p</i> -toluidine	277
Experiment 61 Preparation of <i>p</i> -aminobenzoic acid	278
3. 21. 5 The multistep synthesis of 5,5-diphenylhydantion and <i>erythro</i> -1,2-diphenyl-1,2-ethandiol from benzaldehyde	279
Experiment 62 Preparation of benzoin	279
Experiment 63 Preparation of benzil	281
Experiment 64 Preparation of 5,5-diphenylhydantion	281

Experiment 65 Preparation of <i>erythro</i> -1,2-diphenyl-1,2-ethandiol	282
附录	284
附录 1 常用元素的相对原子质量 (2004)	284
附录 2 常用有机溶剂的纯化	284
附录 3 常用酸碱溶液的质量分数、相对密度和溶解度	288
附录 4 水的饱和蒸气压	290
附录 5 部分共沸混合物的性质	290
附录 6 常用酸碱的相对分子质量及浓度	292
附录 7 实验室仪器 (Laboratory Equipment)	292
参考文献	296

第1章 有机化学实验的一般知识

化学是一门以实验为基础的学科，而有机化学实验在整个化学实验中占有非常重要的地位，是化学专业教学计划中的必修基础课程，重视和学好这门课程非常重要。首先，介绍有机化学实验的一般知识，学生在进行有机实验之前必须认真学习这部分知识，了解进入实验室后应该注意的事项及有关规定。

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常、有效、安全地进行，保证实验课的教学质量，学生必须遵守有机化学实验室的规则。

① 做好实验前的准备工作，包括预习有关实验的内容、查找实验中所需的有关试剂与药品的物理常数、查阅相关的理论和参考资料、找全所需要的器材，以免临时慌乱，预习方法见1.3。写好实验预习报告，方可进入实验室；没达到预习要求者，不得进行实验。准备工作做得好，不仅能保证实验顺利进行，而且可以从实验中获得更多的知识。

② 进入实验室时，应熟悉实验室及其周围的环境，熟悉灭火器材、急救药箱的使用及放置的地方。严格遵守实验室的安全守则和每个实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应立即报请老师处理。进入实验室必须穿着实验服，实验室内不得吃东西和吸烟。

③ 每次实验时，将实验装置组装好后，要经实验指导教师检查合格后，方可进行下一步操作。在操作前，要想好每一步操作的目的、意义、实验中的关键步骤、难点及注意事项，了解所用药品的性质及应注意的事项。

④ 实验时应保持安静，遵守纪律。要求精神集中、认真操作、细致观察、积极思考、忠实记录。不得擅自离开。

⑤ 实验中要遵从教师的指导，严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。若要更改，必须经指导教师同意后，才可改变。

⑥ 应经常保持实验室的整洁。暂时不用的器材，不要放在桌面上，以免碰倒损坏。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃碎片等分别放在指定的地点，不得乱丢，更不得丢入水槽，废酸和废碱应分别倒入指定的回收缸中。

⑦ 爱护公共仪器和工具，在指定的地点使用，并保持整洁。要节约用水、电、煤气和药品。仪器损坏应如实填写破损单，办理赔偿手续。

⑧ 实验完毕后，要将个人实验台面打扫干净，仪器洗净并放好，拔掉电源插头，关闭水、电和煤气开关。实验结果由指导教师登记，实验产品回收统一管理。请指导教师检查、签字后方可离开实验室。课后，按时写出符合要求的实验报告。

⑨ 学生要轮流值日，值日生应负责整理好公用器材，打扫实验室，倒净废物缸，检查水、电、煤气开关是否关闭，关好门窗。离开实验室前，再请指导教师检查、签字。

1.2 有机化学实验室的安全知识

有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的，所用的仪器大部分是玻璃制品，所以在有机实验室中工作，若粗心大意，就易发生事故，如割伤、烧伤，乃至

火灾、中毒、爆炸等，必须认识到化学实验室是潜在危险的场所。虽然在选择实验时，尽量选用低毒性的溶剂和试剂，并在教学中采用了半微量有机实验及利用有机实验 CAI 课件进行微机辅助教学，减少了实验室的污染，改善了师生的实验环境，使燃烧、爆炸、中毒等隐患事故相应减少，但是大量使用时对人体也会造成伤害。因此，一定要重视安全问题，思想上提高警惕，实验时严格遵守操作规程，加强安全措施，这样大多数事故就可以避免。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防、处理和急救。

1.2.1 实验室的安全守则

① 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥，在征求指导教师同意后，方可进行实验。

② 实验进行时，不得离开岗位，要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

③ 当进行有可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩、橡皮手套等。

④ 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟、吃食物。实验结束后要认真洗手。

⑤ 熟悉安全用具，如灭火器材、砂箱、石棉布、急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作它用。

1.2.2 实验室事故的预防、处理和急救

1.2.2.1 火灾的预防、处理和急救

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的，着火是有机实验室常见的事故之一，应尽可能避免使用明火。防火的基本原则如下。

(1) 在操作易燃的溶剂时要特别注意：①应远离火源；②勿将易燃、易挥发液体放在敞口容器中，如烧杯中用直接火加热；③加热必须在水浴中进行，切勿使容器密闭，否则会造成爆炸。当附近有暴露放置的易燃溶剂时，切勿点火。

(2) 在进行易燃物质实验时，应先将酒精一类易燃的物质搬开。

(3) 蒸馏易燃的有机物时，装置不能漏气，如发现漏气，应立即停止加热，检查原因，若因塞子被腐蚀，则待冷却后，才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器，如广口瓶、烧杯等，而应用窄口容器，如三角瓶等。蒸馏装置接收瓶的尾气出口应远离火源，最好用橡皮管引到下水道口或室外。

(4) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意以下几点。

① 应放入数粒沸石、素烧瓷片或一端封口的毛细管，以防止暴沸。如在反应后才发觉未放入沸石这一类物质时，绝不能急躁，不能立即揭开瓶塞补放，而应先停止加热，待被回流或蒸馏的液体冷却后才能加入，否则会因暴沸而发生事故。

② 严禁直接加热。

③ 瓶内液量最多只能装至半满。

④ 加热速度宜慢、不能快，避免局部过热。总之，回流或蒸馏低沸点易燃液体时，一定要谨慎。

(5) 油浴加热或回流时，必须注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的主要原因是橡皮管在冷凝管上套得不紧密，开动水阀过快，水流过猛把橡皮管冲掉，或者由于套不紧而漏水。所以，要求橡皮管套入时要很紧密，开动水阀时要慢动作，使水流慢慢通入冷凝管中。

(6) 当处理大量可燃性液体时，应在通风橱或指定地方进行，室内应无火源。

(7) 不得把燃着的或带有火星的火柴梗、纸条等乱抛乱掷，也不得丢入废液缸中，否则

会发生危险。

(8) 实验室不得存放易燃、易挥发物质。

(9) 有煤气的实验室，应经常检查管道和阀门是否漏气。

(10) 一旦发生火灾，应沉着镇静地及时采取正确措施，以免事故的扩大。首先，立即切断电源，移走易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不用水进行扑救，因为一般有机物不溶于水或遇水可能发生更强烈的反应而引起更大的事故。小火可用石棉布盖熄，火势较大时，应用灭火器扑救。

常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉、泡沫等灭火器。目前，实验室中常用的是干粉灭火器。使用时，拔出销钉，将出口对准火点，将上手柄压下，干粉即可喷出。二氧化碳灭火器也是有机实验室中常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体，适用于油脂、电器、较贵重的仪器着火时使用。虽然四氯化碳和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能，但四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气，而且与金属钠接触会发生爆炸；泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染，给后处理带来麻烦。因此，这两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器，都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火时，还可用沙子扑救，但容器内着火时不易用沙子扑救。身上着火时，应就近在地上打滚（速度不要太快）将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑，以免造成更大的火灾。

1.2.2.2 爆炸的预防

在有机化学实验里预防爆炸的一般措施如下。

(1) 蒸馏装置必须正确。常压蒸馏不能造成密闭体系，应使装置与大气相连通。减压蒸馏时，要用圆底烧瓶作为接收器，不能用三角烧瓶、平底烧瓶等不耐压容器作为接收器，否则会发生爆炸。

(2) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏，均不能将液体蒸干，以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

(3) 切勿使易燃易爆的物体接近火源，有机溶剂，如乙醚和汽油一类的蒸气与空气相混合时极为危险，可能会由一个热的表面或者一个火花、电火花引起爆炸。

(4) 使用乙醚时，必须检查有无过氧化物存在，如果有过氧化物存在时，应立即用硫酸亚铁除去过氧化物，才能使用，除去乙醚中过氧化物的方法可参考有关书籍。同时，使用乙醚时应注意在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(5) 对易爆炸的固体，如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击，以免引起爆炸。对于这些危险的残渣，必须小心销毁。例如，重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使其分解，重氮化合物可加水煮沸使其分解等。

(6) 卤代烷勿与金属钠接触，因反应太猛往往会发生爆炸。

(7) 在用玻璃仪器组装实验装置之前，要检查玻璃仪器是否有破损。

1.2.2.3 中毒的预防

(1) 剧毒药品要妥善保管，不许乱放，实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发，并向使用毒物者提出必须遵守的操作规程。实验后对有毒残渣必须进行妥善而有效的处理，不准乱丢。

(2) 有些剧毒物质会渗入皮肤，因此接触这些物质时必须戴橡皮手套，操作后立即洗手，切勿让剧毒药品沾及五官或伤口。例如，氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身，严重者会造成中毒死亡事故。

(3) 称量药品时应使用工具，不得直接用手接触，尤其是有毒药品。任何药品不得用嘴尝。

(4) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行, 使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时, 实验开始后不要把头部伸入橱内。

(5) 如发生中毒现象, 应让中毒者及时离开现场, 到通风好的地方, 严重者应及时送医院。

(6) 当发现实验室漏煤气时, 应立即关闭煤气开关, 打开窗户, 并通知实验室工作人员进行检查和修理。

1.2.2.4 触电的预防

进入实验室后, 首先应了解水、电、气的开关位置, 而且要掌握它们的使用方法。在实验中, 应先将电器设备上的插头与插座连接好后, 再打开电源开关。使用电器时, 应防止人体与电器导电部分直接接触, 不能用湿手或手握湿的物体接触电源插头。为了防止触电, 装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验结束后应切断电源, 再将连接电源插头拔下。

1.2.2.5 玻璃割伤的预防、处理和急救

有机化学实验中主要使用的是玻璃仪器, 玻璃割伤是常见的事故之一。使用玻璃仪器时最基本的原则是: 不得对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时, 用力处不要离塞子太远, 尤其是插入温度计时, 要特别小心。

(2) 新割断的玻璃管或玻璃棒的断口处特别锋利, 使用时要将断口处用火烧至熔化, 使其成圆滑状。

玻璃割伤后, 要仔细观察伤口有没有玻璃碎片, 如有应用消毒过的镊子取出。若为一般轻伤, 应及时挤出污血, 用生理盐水洗净伤口, 在伤口处涂上碘酒, 再用绷带包扎; 若伤口严重, 流血不止, 应立即用绷带扎紧伤口上部, 使伤口停止流血, 急送医疗所。

实验室应备有急救药箱, 内有急救药品, 如: 生理盐水、紫药水、碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉等。还应备有洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等急救用具。

1.2.2.6 灼伤的预防、处理和急救

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质之后均能被灼伤。为避免灼伤, 在接触这些物质时, 最好戴上橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理。

(1) 酸灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗, 然后用5%碳酸氢钠溶液清洗, 涂上油膏, 并将伤口扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的酸, 立即用水冲洗, 用洗眼杯清洗, 或将橡皮管套在水龙头上, 用慢水对准眼睛冲洗后, 即到医院就诊, 或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤, 最后滴入少许蓖麻油。

衣服上——依次用水、稀氨水和水冲洗。

地板上——撒上石灰粉, 再用水冲洗。

(2) 碱灼伤

皮肤上——先用水冲洗, 然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液清洗, 再用水冲洗, 最后涂上油膏, 并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的碱, 用水冲洗, 再用饱和硼酸溶液清洗后, 滴入蓖麻油。

衣服上——先用水洗, 然后用10%醋酸溶液洗涤, 再用氢氧化铵中和多余的醋酸, 最

后用水冲洗。

(3) 溴灼伤 如溴弄到皮肤上,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤膏,将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

(4) 水灼伤 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

上述各种急救方法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救之后,应速送医院诊治。

1.3 有机化学实验预习、实验记录和实验报告的基本要求

有机化学实验是一门综合性较强的理论联系实际的课程,是培养学生独立工作能力的重要环节。学生在进行每个实验时,必须做好实验预习、实验记录和实验报告。

1.3.1 实验记录本

每个学生都必须准备一个实验记录本,并编上页码,不能用活页本或零星纸张代替。不能撕下记录本的任何一页。如果写错了可以用笔勾掉,但不能涂抹或用橡皮擦掉。文字要简练明确,书写整齐,字迹清楚。写好实验记录本是从事科研实验的一项重要训练。

在实验记录本上做预习笔记、实验记录及课后实验总结。

1.3.2 实验预习

为了使实验能够达到预期的效果,在实验之前要做好充分的预习和准备。预习时除了要求反复阅读实验内容,领会实验原理、有关实验步骤和注意事项外,还需在实验记录本上准备好预习提纲。以合成实验为例,预习提纲包括下列内容:

- ① 实验目的;
- ② 主反应和重要副反应方程式;
- ③ 原料、产物和副产物的物理常数;
- ④ 原料用量(g、mL、mol),计算过量试剂的过量百分数,计算理论产率;
- ⑤ 正确而清楚地画出主要反应装置图,并注明仪器名称;
- ⑥ 用图表形式表示整个实验步骤的流程。

预习时,应该清楚每一步操作的目的是什么,为什么这么做,要清楚本次实验的关键步骤和难点,实验中有哪安全问题。预习是做好实验的关键,只有预习充分,实验时才能做到又快又好。

1.3.3 实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料,实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此,学会做好实验记录也是培养学生科学作风及实事求是精神的一个重要环节。

在实验过程中,实验者必须养成一边实验一边直接在记录本上做记录的习惯,不许事后凭记忆补写,或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括:实验的日期,试剂的规格和用量,仪器的名称、规格、牌号,实验的全部过程,如加入药品的数量,仪器装置,每一步操作的时间、内容和所观察到的现象(包括温度、颜色、体积或质量的数据等)。记录要实事求是,准确反映真实的情况,特别是当观察到的现象与预期的不同,以及操作步骤与教材规定的不一致时,要按实际情况记录清楚,以便作为总结讨论的依据。应该牢记,实验记录是原始资料,科学工作者必须重视。

判断记录本内容的标准是记录必须完整,且组织得好和清楚,不仅自己现在看得懂,甚至几年后也能看懂,而且还能使他人看懂。记录是宁可多记录一些,也不要漏记,在写实验

报告时从中精选。如漏记了主要内容，将难以补救。

实验记录示例

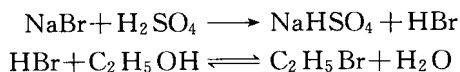
实验××× 溴乙烷的制备

【实验目的】

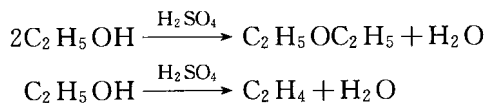
- 学习从醇制备溴代烷的原理和方法。
- 学习蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

【反应式】

主反应



副反应



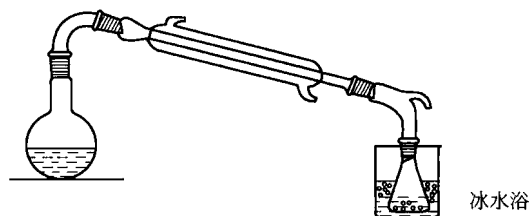
【物理常数】

名 称	相对分子质量	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度/g · 100g ⁻¹ (溶剂)	
					水 中	醇 中
乙醇	46	0.79	-117.3	78.4	∞	
溴化钠	103				79.5 (0℃)	
硫酸	98	1.83	10.38	340 (分解)	∞	
溴乙烷	109	1.46	-118.6	38.4	1.06 (0℃)	∞
硫酸氢钠	120				50 (0℃) 100 (100℃)	
乙醚	74	0.71	-116	34.6	7.5 (20℃)	∞
乙烯	28		-169	-103.7		

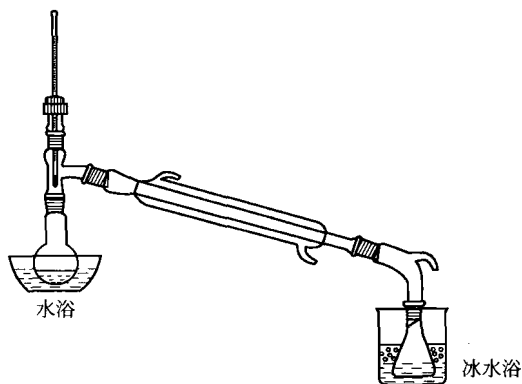
【计算】

名 称	实际用量/g	理论量/mmol	过量/%	理论产量/g
95%乙醇	2.6 (3.3mL、56.5mmol)	48.6	16.3	
NaBr	5 (48.6mmol)			
浓硫酸 (98%)	11.6 (6.3mL、118.3mmol)	48.6	143.4	
C ₂ H ₅ Br		48.6		5.30

【仪器装置图】

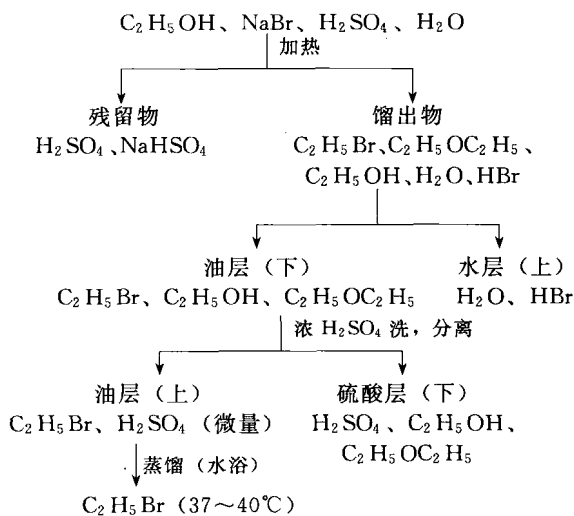


(a) 反应装置



(b) 蒸馏装置

【实验步骤流程图】



【实验记录】

日期: 年 月 日

时 间	步 骤	现 象	备 注
8:30	安装反应装置[见图(a)]		接收瓶内放入少量冰水,并将其置于冰水浴中。接引管的支口用橡皮管导入下水道或室外
8:45	在烧瓶中加入 3.3mL 95% 乙醇和 3mL 水,混合均匀		
8:55	在不断振荡和冷却下慢慢加入 6.3mL 浓硫酸		
9:00	混合物冷却至室温后,在冷却条件下加入 5g 溴化钠及两粒沸石	固体成碎粒状,未全溶,溶液淡黄色	
9:10	小火加热使反应平稳进行	液体微沸有泡沫产生,在冷凝管中无色液体馏出,乳白色油状物沉在接收瓶的水底	
9:50		固体消失	
10:00	停止加热	馏出液中已无油滴,瓶中残留物冷却成无色晶体	