

高等学校教材

# 微型半微型有机化学实验

李霁良 主 编

殷彩霞 副主编

张 盪 赵静峰 古 昆 陶元器 曹玉才 编

高等教育出版社

## 内容简介

微型化学已经成为当今世界性的研究热点,它在节省化学试剂、缩短实验时间、降低环境污染、培养学生认真细致的科学态度和创新思维以及提高学生实验操作能力等方面都显示了独特的优势,符合 21 世纪“绿色化学”和“教育创新”的时代主题。

本书是在新的时代背景下,总结了多年微型化学研究成果和实践经验,由集体编写完成的。全书分为八章,共列入 73 个实验,涉及文献查阅(含手工查阅和网络检索)、基本技能训练、有机化合物性质实验、经典单步骤合成、多步骤合成、高分子及精细有机化合物的制备、天然产物的分离和提纯、微波辐射合成等。有最基本的典型实验,有采用新技术的实验,还有部分反映新的科研成果和联系生产与生活实际的实验。本书中的实验根据不同类型、反应难易、步骤多少等,分别采取微型化或半微型化进行,既节约试剂、减少污染,又能实事求是、合理定位,达到较好的实验效果。

本书适合作综合性大学、工院校、师范院校以及农林、医药类院校的教材,也可供相关专业的专业人员及研究人员参考。

## 图书在版编目(CIP)数据

微型半微型有机化学实验 / 李霁良主编. —北京:高等教育出版社,2003.12

ISBN 7 - 04 - 012993 - 0

微... 李... .有机化学 - 化学实验 - 高等学校 - 教材 .O62 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 099490 号

出版发行 高等教育出版社  
社 址 北京市西城区德外大街 4 号  
邮政编码 100011  
总 机 010 - 82028899

购书热线 010 - 64054588  
免费咨询 800 - 810 - 0598  
网 址 <http://www.hep.edu.cn>  
<http://www.hep.com.cn>

经 销 新华书店北京发行所  
印 刷

开 本 787 × 1092 1/16  
印 张 20.75  
字 数 510 000

版 次 年 月第 1 版  
印 次 年 月第 次印刷  
定 价 22.50 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

策划编辑	岳延陆
责任编辑	应丽贞
封面设计	于文燕
责任绘图	朱 静
版式设计	陆瑞红
责任校对	杨雪莲
责任印制	

微型化学已经成为当今世界化学教育及研究的关注热点。2002年8月在北京召开的第17届国际化学教育大会上,交流了大量有关微型化学研究论文,2004年将在伊斯坦布尔召开的第18届国际化学教育大会已确定的主题中,微型化学被列为重要内容之一。之所以如此,我认为主要原因如下:第一,微型化学有利于体现“绿色化学”和“环境友好化学”的精神。常量化学实验特别是有机化学实验中使用的少量有毒、易燃、易挥发的试剂常对环境造成污染,微型化学实验能有效地减少这些污染。第二,微型化学有利于培养学生严谨细致的实验作风。由于试剂用量的减少,实验难度加大了,学生必须一丝不苟、精益求精、认真操作才能得到好的实验结果,学生的实验操作技能因此得以提高。第三,实践证明,在节省化学试剂的同时,实验时间也可缩短,这有利于进行综合性、探索性实验的开展,从而促进学生创新思维和创新能力的培养。第四,微型实验有利于激发学生的实验兴趣。第五,实验安全性有可能提高。

我们注意到,十多年来我国化学界许多有志者在微型化学的研究和实践中进行了卓有成效的努力,积累了丰富的经验,取得了一批重要教学成果,在教育界产生了强烈的反响。同时广泛参与了国际交流与合作。现今在我国高校中,对微型化学有着普遍的兴趣和要求。在这样的背景下,作者经过多年的微型化学研究和实践,在获得国家级教学成果的情况下,编写出这本微型半微型有机化学实验教材,并由高等教育出版社出版,我期望这本教材的出版,对推动我国微型化学实验的深入开展、促进化学教育改革和创新、提高化学教育的质量发挥积极作用。

这本微型半微型有机化学实验教材具有如下几个特点:1. 内容选择上注重改革创新与继承传统相结合、理论与实践相结合、经典方法与现代方法相结合,恰当处理了基础与前沿的关系,注重通用性、广泛性和实用性。2. 微型化定位比较实际合理,根据实验的类型和难易分别采用微型化、半微型化和小量化的操作,试剂用量上既体现了微型化改革的特点,又照顾到实验教学的效果和基本要求,既节省了大量试剂,又能得到较好的实验结果。3. 文献检索内容比较注重时代感,不但介绍了传统的查阅方法,还对计算机网络检索方法作了讲解和指导。4. 书中还介绍了一些最新科研成果和技术,并把微波辐射合成技术引入基础有机化学实验。这是一个有益的尝试,有利于拓宽学生的视野,增强学生适应新技术的能力。5. 在编写形式中,增加了实验流程图,使实验内容更加明晰,有利于帮助学生理清实验思路。6. 作者设计了与教材配套的微型化仪器,并有定点厂家批量生产。这方便了学校的应用,也有利于根据教学需要对仪器进行改进和完善,使之更好地服务于微型化学改革。

微型化学相对于常量实验来说,是一项新生事物,需要继续完善和提高。希望从事微型化学研究的师生认真总结经验,在实践中继续努力探索,处理好微型实验与常量实验的关系,在培养化学创新人才中作出贡献。

张 滂

2003年8月 北京大学

有机化学实验是有机化学教学的重要环节,是培养学生掌握实验基本技能和技能、提高动手能力的必修课。同时,也是培养学生创新思维和创新能、理论联系实际、实事求是、细致严谨科学态度和工作作风的重要课程。随着有机化学的迅猛发展,新反应、新技术、新合成方法和新化合物不断涌现。进入21世纪,现代分析手段在有机化学领域中应用更加广泛,化学实验教学仪器和设备正在不断地更新和完善。近年来,由于微型化学实验具有节能、安全省时、消耗少、污染小等诸多优点,已成为国内外有机化学实验教学改革的热点和潮流,成为绿色化学的重要组成部分。云南大学编者经多年微型化实验教学的研究和实践,先后获得省级教学成果一等奖和国家级教学成果二等奖,并研制出一套便携式微型有机化学实验仪器,获得国家专利。在不断总结、不断改进的基础上,编写的《微型半微型有机化学实验》有较强的实践性和应用性,具有绿色化学特色,适应化学发展的潮流。其特点如下:

1. 传统与创新相结合 本书除了有代表性的经典合成实验以外,还有一定数量的新实验和多步合成实验,并引入一些新技术。对传统的实验方法和基本操作有较为详尽的介绍。体现了传统与创新相结合,由易到难、循序渐进的特点。合成实验中的产物大多给出了IR、 $^1\text{H}$ NMR、 $^{13}\text{C}$ NMR和MS谱图,对提高学生实验基本技能和技能及培养创新思维很有益处,有利于培养学生分析问题和解决问题的能力。值得一提的是,本书文献查阅部分不但对传统和常见的文献查阅方法进行了简明扼要的归纳和总结,还对网上文献查阅进行了讲解和指导,突出了时代特征。

2. 绿色化学特色 本书选用微型和半微型模式进行有机化学实验,试剂用量少、污染小,安全省时,具有绿色化学的时代特色。使学生在实验中受到绿色化学的教育,提高了对绿色化学的感性和理性认识,增强了环境保护意识。

3. 适用不同培养目标的要求 本书根据有机化学实验教学特点和发展的需要,编排了基本技能和基本操作、有机化合物性质、简单合成和多步合成、天然产物提取分离及高分子合成、微波有机合成等实验。理论叙述简明扼要,实验方法和基本操作要点较为详尽。选编的实验方法和内容,有较强的实践性和应用性,可适应不同层次培养目标的要求。适用于综合性大学化学和应用化学专业的教材,也可供师范院校、工科院校等相关专业选用。

《微型和半微型有机化学实验》一书是有机化学实验教学改革的成果,是时代发展的产物。我衷心祝愿这本书在培养学生基本技能和实验、科研能力方面起到积极的推动作用,在有机化学学科的发展中做出贡献。

南开大学化学学院教授

申泮文

2003年教师节代序

有机化学实验伴随着时代的进步、科学技术的发展、实验仪器的不断改进和人们思维观念的更新而呈现出逐渐向小型化转变的趋势。近一个世纪以来,世界上许多化学家为此进行了执著的努力,取得了不少成果。但从具有真正的变革意义上说,微型化学实验的大规模兴起并得以迅速发展是从20世纪80年代开始的。在我国,由于得到许多老一辈化学家和知名学者的鼓励和支持,微型化学方面的研究和实践已经具备了良好的基础,取得了一批重要的成果,其中包括最具代表性的国家级教学成果奖5项,在教育界产生了强烈的反响。如今,在我国高等院校中,对微型化学实验有着广泛的兴趣和要求,微型化学开展的规模和深度都是前所未有的,并在进一步发展之中。

微型化学实验的研究和推广工作受到广泛关注并得以快速发展,根本原因是它适应了时代发展旋律,符合“绿色化学”和“教育创新”的理念,体现了一种“小、快、省”的实验特点和“人与自然协调发展”以人为本的精神。由于试剂用量的节省和实验时间的缩短,实验教学成本明显降低了,同时给学生留下了更多的思维空间,实验操作显得更加从容;由于反应剂量的缩小,实验难度也加大了,这给教师的教学指导和学生的实验技能都提出了更高的要求,教师必须精心指导,学生必须认真细致的操作,从而教学质量得以提高,学生的良好的工作作风和实验操作能力得到培养。值得一提的是,实验的微型化带来的环境效益特别明显。实验污染大幅度减小,有机废液易于回收利用,实验室的空气变得相对清新了。在身受其益的同时,学生的环保意识、实验积极性、实验兴趣、好奇心和创造性欲望得以培养和提高。

关于微型化学的概念,著名的美籍华裔化学家马祖圣教授(Prof T S Ma)指出,微型化学是以尽可能少的试剂来获取所需的化学信息的实验原理与技术。中国微型化学研究中心主任周宁怀教授认为,微型化学实验包括中学化学到大学无机、有机化学等各类在微型装置中以少量试剂来进行的实验。所以微型化学实验的学科领域覆盖面比微量实验要宽得多。而且,由于微型化学实验的类型很多,对它的试剂用量没有必要也很难规定一个划一的数量界限。只要明确相对于常规实验来说,微型化实验试剂用量要少得多,而且仪器装置是微型化的实验即可。我们认为,在有机化学实验中,由于实验类型、反应种类、条件和难易各不相同,反应产率有高有低,如果划定统一的试剂限量来规范微型化学实验的概念是不现实的。微型化学必须以保证教学质量为前提,必须对实验结果、产品的质和量有一个基本的要求和规定,必须包括有足够数量的产品以满足理化数据及波谱表征在内所有的教学环节。在这样的原则下来定位微型化实验仪器的合理规格及试剂的最小用量,才能使微型化学有可靠的实施基础和不断发展的空间。我们编写这本微型半微型有机化学实验教材,基本思想就是要结合我国高校化学教育的实际,实事求是,能够微型化的实验就微型化,不能微型化的实验则半微型化。关于微型化实验仪器的设计与研制,也应遵循这一原则。实验仪器的组合模式和操作方法既要大胆改革创新,又要继承传统模式的优

点,还要考虑到与后续综合实验及科研训练相衔接。大学期间的实验课是为了培养学生的科学素养、工作能力和实验作风,不能孤立地把微型化实验与常量实验完全割裂开来,以至于做完微型化实验就不会做常量实验操作。微型化实验与常量实验的关系与衔接是值得认真思考和探索的课题。

本书的编写工作历时3年左右,是我们经历8年时间从事微型化学研究和实践的经验总结,是在教学实验中经过不断修改和完善并取得国家级教学成果的基础上集体编写完成的。李霖良为主编,殷彩霞为副主编,张盩、赵静峰、古昆、陶元器、曹玉才为编委。曹玉宝参与了微型化学仪器的制作。曾坤伟、和志平对书中的文字作了校正,对插图作了电脑制作,赵静峰完成了书中的波谱电脑制作。还有杨朋、转云雄等一批学生对本书的编写付出了辛勤的劳动。为了方便读者,本书收集了较为详尽的波谱,教材中的波谱引自SDBSWeb:<http://www.aist.go.jp/RIODB/>,National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba, Ibaraki, Japan. 苏克曼等编《波谱解析法》,于世林等编《波谱分析法》,宁永成编《有机化合物结构鉴定与有机波谱学》。张滂院士、申泮文院士为本书作序,并对本书的编写给予了热情的支持和鼓励。高等教育出版社岳延陆、应丽贞老师对本书的出版付出了大量心血,给予了许多帮助。北京大学关烨第教授对全书进行了审阅,提出了很多宝贵的意见与建议。作者谨向他们表示最诚挚的感谢。

由于本书是集体编写的,作者对微型化学的研究和实践的积累有待进一步深化,加之编者水平有限,书中错误和欠妥之处在所难免,敬望读者批评指正,以便在适当时机对本书做进一步修改和完善。

编者 于昆明

2003年8月

<b>第1章</b> 绪论 .....	1	实验 7 环己烯 .....	110
§ 1.1 有机化学实验的安全知识 .....	1	实验 8 溴乙烷 .....	113
§ 1.2 微型化学实验仪器的配置 .....	4	实验 9 正溴丁烷 .....	117
§ 1.3 实验预习、记录、实验报告和产率 计算 .....	8	实验 10 溴苯 .....	119
§ 1.4 有机化学实验守则 .....	15	实验 11 叔丁基氯 .....	122
<b>第2章</b> 有机化学实验的基本技能和基 本操作技术 .....	16	实验 12 1,2-二溴乙烷 .....	125
§ 2.1 化学文献 .....	16	实验 13 二苯甲醇 .....	129
§ 2.2 熔点测定及温度计校正 .....	29	实验 14 肉桂醇 .....	132
§ 2.3 蒸馏和沸点测定 .....	34	实验 15 环己醇 .....	135
§ 2.4 简单分馏 .....	37	实验 16 2-甲基-2-己醇 .....	138
§ 2.5 水蒸气蒸馏 .....	40	实验 17 2-甲基-2-丁醇 .....	142
§ 2.6 减压蒸馏 .....	43	实验 18 正丁醚 .....	145
§ 2.7 萃取 .....	47	实验 19 苯乙醚 .....	149
§ 2.8 升华 .....	52	实验 20 苯乙酮 .....	152
§ 2.9 重结晶及过滤 .....	54	实验 21 环己酮 .....	155
§ 2.10 色谱法 .....	62	实验 22 乙酰水杨酸 .....	158
§ 2.11 折光率的测定 .....	71	实验 23 邻苯二甲酸二丁酯 .....	161
§ 2.12 核磁共振谱和红外吸收光谱 .....	75	实验 24 乙酸异戊酯 .....	164
<b>第3章</b> 有机化合物性质实验 .....	96	实验 25 苯甲酸乙酯 .....	167
实验 1 醇、酚、醚 .....	96	实验 26 己内酰胺 .....	170
实验 2 醛、酮 .....	98	实验 27 苯胺 .....	174
实验 3 羧酸及其衍生物的性质 .....	100	实验 28 间硝基苯胺 .....	177
实验 4 胺的性质 .....	103	实验 29 乙酰苯胺 .....	179
实验 5 糖的性质 .....	106	实验 30 偶氮苯 .....	182
实验 6 氨基酸及蛋白质的性质 .....	108	实验 31 对氨基苯磺酸 .....	185
<b>第4章</b> 微型半微型有机化合物合成 实验 .....	110	实验 32 甲基橙 .....	188
		实验 33 甲基红 .....	192
		实验 34 对位红 .....	195
		实验 35 呋喃甲醇和呋喃甲酸 .....	197
		实验 36 苯甲醇和苯甲酸 .....	202
		实验 37 苯亚甲基苯乙酮 .....	207
<b>第5章</b> 半微型综合性合成实验 .....	209		
实验 38 乙酰乙酸乙酯 .....	209		

## 目 录

实验 39	4 - 苯基 - 2 - 丁酮.....	214	实验 60	咖啡因的提取.....	249
实验 40	肉桂酸.....	215	实验 61	黄连素的提取.....	253
实验 41	香豆素 - 3 - 羧酸 .....	216	实验 62	菠菜色素的提取和色素分离.....	257
实验 42	8 - 羟基喹啉 .....	218	实验 63	从烟叶中提取烟碱.....	259
实验 43	苯片呐醇.....	220	实验 64	肉桂醛的提取.....	263
实验 44	对氨基苯甲酸乙酯.....	222	实验 65	从槐花米中提取芦丁.....	265
实验 45	2,4 - 二氯苯氧乙酸 .....	223			
实验 46	4 - 苯基 - 3 - 丁烯 - 2 - 酮 .....	226	<b>第 8 章</b>	<b>微波辐射合成实验 .....</b>	<b>268</b>
实验 47	鲁米诺.....	227	实验 66	微波辐射合成乙酰苯胺.....	271
实验 48	(±) - 苯乙醇酸.....	229	实验 67	微波辐射合成正溴丁烷.....	275
实验 49	(±) - 苯乙醇酸的拆分 .....	231	实验 68	微波辐射合成乙酸乙酯.....	277
实验 50	大环化合物八甲基四氧杂夸特烯 .....	233	实验 69	微波辐射合成对氨基苯磺酸.....	279
实验 51	大环配体[(14)4,11 - 二烯 - N <sub>4</sub> ] · 2HI .....	235	实验 70	微波辐射合成肉桂酸.....	282
实验 52	2 - 乙酰基环己酮 .....	236	实验 71	磺化聚芳醚酮酮催化合成肉桂酸 正戊酯.....	285
实验 53	2 - 庚酮 .....	238	实验 72	微波辐射合成 2 - 甲基苯并咪唑 .....	287
<b>第 6 章</b>	<b>半微型高分子合成及精细有机 化合物的制备 .....</b>	<b>240</b>	实验 73	微波辐射合成 5,6 - 二甲基苯并 咪唑.....	291
实验 54	聚醋酸乙烯酯乳液.....	240	附录一	试剂的配制 .....	294
实验 55	聚乙烯醇缩甲醛.....	242	附录二	常用有机溶剂的纯化.....	298
实验 56	十二烷基硫酸钠(阴离子表面活 性剂) .....	243	附录三	危险化学药品的使用与保存 .....	303
实验 57	十二烷基二甲基甜菜碱(两性表 面活性剂) .....	244	附录四	常用有机化合物的物理常数 .....	306
实验 58	N,N - 二甲基十二烷基氯化胺的 合成(特殊表面活性剂).....	245	附录五	常用酸碱溶液相对密度及组成 ...	311
实验 59	氯化三乙基苄基铵.....	247	附录六	常用酸碱相对密度和各种浓度 对照 .....	315
<b>第 7 章</b>	<b>半微型天然化合物的提取与 制备 .....</b>	<b>249</b>	附录七	水的蒸气压(0 ~ 100 ) .....	316
			附录八	核磁共振谱和红外光谱数据 .....	317
			附录九	常用元素相对原子质量 .....	320
			参考书目	.....	321

## § 1.1 有机化学实验的安全知识

微型化学实验已成为化学教育界普遍关注的热点,它能大幅度节省试剂用量,缩短实验时间,降低环境污染,能较好地体现“绿色化学”和“环境友好化学”的理念。它有利于培养学生严谨的科学态度和细致的实验作风,提高学生的实验技能和创新能力,并且实验的安全性也得以提高。

但是,微型化学实验与常量化学实验所遵循的化学原理和实验规律是相同的,所以在有机化学实验中,无论是常量实验还是微型实验都涉及一些共同需要了解和掌握的基本知识,比如实验室的安全知识、事故的预防及处理、危险化学品的使用与保存、实验结果的处理等。

进行有机化学实验,经常使用易燃、有毒和具腐蚀性试剂。比如乙醚、乙醇、丙酮和苯等溶剂易于燃烧;甲醇、硝基苯、有机磷化合物、有机锡化合物、氰化物等属有毒药品;氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸属易燃易爆气体或药品;氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等属强腐蚀性药品。同时,有机化学实验中常使用的玻璃仪器易碎、易裂,容易引发割伤、起火等各种事故。还有电器设备和煤气等,如果使用不当也易引起触电或火灾。因此,进行有机化学实验必须树立安全第一的思想,切忌麻痹大意,要充分预习,认真操作,严格遵守实验规则,加强安全观念,树立环保意识,并熟悉实验中用到的药品和仪器的性能,这样才能有效地避免事故的发生,维护人身和实验室的安全,确保顺利完成实验。

为了防止事故的发生或在事故发生后及时处理,应了解以下安全知识,并切实遵守。

### 一、实验时的一般注意事项

1. 进入实验室前,必须认真预习,理清实验思路,了解实验中使用的药品的性质和有可能引起的危害及相应的注意事项。进入实验室后应仔细检查仪器是否有破损,掌握正确安装仪器的要点,并弄清水、电、气的管线开关和标记,保持清醒头脑,避免违规操作。

2. 实验中仔细观察,认真思考,如实记录,并经常注意反应是否正常,有无碎裂或漏气的情况,及时排除各种事故隐患。

3. 有可能发生危险的实验,应采取防护措施进行操作,如戴防护手套、眼镜、面罩等,有的实

验应在通风橱内进行。

4. 常压蒸馏、回流和反应 ,禁止用密闭体系操作 ,一定要保持与大气相通。

5. 易燃、易挥发的溶剂不得在敞口容器中加热。该用水浴加热的不得用直接火加热。加热的玻璃仪器外壁不得有水珠 ,也不能用厚壁玻璃仪器加热 ,以免破裂引发事故。

6. 各种药品需要妥善保管 ,不得随意遗弃或散失。对于实验中的废气、废渣、废液 ,要按环保规定处理 ,不能随意排放。有机废液应集中收集处理 ,尽可能回收利用。树立环境保护意识和绿色化学理念。

7. 严禁在实验室中吸烟、喝水或吃东西。

8. 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管 ,以免玻璃管、玻璃棒折断或破裂而划伤皮肤或水银泄漏。

9. 熟悉消防器材的存放位置和正确使用方法。

10. 实验结束后 ,要仔细关闭好水、电、气及实验室门窗 ,防止其他意外事故的发生。

## 二、实验中事故的预防、处理和急救

### 1. 割伤

造成割伤者 ,一般有下列几种情况 :

- (1) 装配仪器时用力过猛或装配不当 ;
- (2) 装配仪器用力处远离连接部位 ;
- (3) 仪器口径不合而勉强连接 ;
- (4) 玻璃折断面未烧圆滑 ,有棱角等。

预防玻璃割伤 ,要注意以下几点 :

- (1) 玻璃管(棒)切割后 ,断面应在火上烧熔以消除棱角 ;
- (2) 注意仪器的配套 ;
- (3) 正确使用操作仪器。

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 ,再涂上红药水 ,撒上止血粉用纱布包扎好。伤口较大或割破了主血管 ,则应用力按住主血管 ,防止大出血 ,及时送医院治疗。

### 2. 着火

预防着火要注意以下几点 :

(1) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物 ,加热时应根据实验要求及易燃物的特点选择热源 ,注意远离明火 ;

(2) 尽量防止或减少易燃的气体外逸 ,倾倒时要关掉火源 ,并注意室内通风 ,及时排出室内的有机物蒸气 ;

(3) 易燃及易挥发物 ,不得倒入废液缸内 ,量大的要专门回收处理 ,量少的可倒入水槽用水冲走(与水有猛烈反应者除外 ,金属钠残渣要用乙醇销毁) ;

(4) 实验室不准存放大量易燃物 ;

(5) 防止煤气管、阀漏气。

实验室如果发生了着火事故 ,应沉着镇静及时地采取措施 ,控制事故的扩大。首先 ,立即关

掉附近所有火源,切断电源,移开未着火的易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势设法扑灭。

常用的灭火剂有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火剂等。干砂和石棉布也是实验室经济常用的灭火材料。

二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器。灭火器内贮放压缩的二氧化碳。使用时,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒!以免冻伤)打开开关,二氧化碳即可喷出。这种灭火器灭火后的危害小,特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。

四氯化碳和泡沫灭火器虽然也都具有比较好的灭火性能,但由于存在一些问题,如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;泡沫灭火器喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝,污染严重,给后处理带来麻烦。因此,除不得已时最好不用这两种灭火器。

不管用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心扑灭。

水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物都比水轻,泼水后,火不但不熄,有机物反而漂浮在水面燃烧,火随水流蔓延更快。

地面或桌面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布来灭火;反应瓶内有机物着火,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭;身上着火时,切勿在实验室内乱跑,应就近卧倒,用石棉布等把着火部位包起来,或在地上滚动以熄灭火焰。

### 3. 爆炸

实验时,仪器堵塞或装配不当;减压蒸馏使用不耐压的仪器;违章使用易爆物;反应过于猛烈,难以控制等都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

(1) 常压操作时,切勿在封闭系统内进行加热或反应,在反应进行时,必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象;

(2) 减压蒸馏时,不得使用机械强度不大的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等);必要时,要戴上防护面罩或防护眼镜。

(3) 使用易燃易爆物(如氢气、乙炔和过氧化物等)或遇水易燃烧爆炸的物质(如钠、钾等)时,应特别小心,严格按操作规程操作;

(4) 反应过于猛烈,要根据不同情况采取冷冻或控制加料速度等措施;

(5) 必要时可设置防爆屏。

### 4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性,产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品。在实验中,要防止中毒,需切实做到以下几点:

(1) 试剂不要沾在皮肤上,尤其是极毒的试剂,实验完毕后应立即洗手,称量任何试剂都应使用工具,不得用手直接拿取;

(2) 使用或处理有毒或具腐蚀性物质时,应在通风橱中进行,并戴上防护用品,尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内;

(3) 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。

一般试剂溅到手上,通常是用水和乙醇洗去。实验时若有中毒特征,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、头昏、呕吐、瞳孔放大时应及时送往医院。

## 5. 灼伤

皮肤接触了高温如热的物体、火焰、蒸气等,低温如固体二氧化碳、液体氮或腐蚀性物质如强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此,实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性化学试剂时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。

实验中发生灼伤,要根据不同的灼伤情况分别采取不同的处理方法。

(1) 被酸或碱灼伤时,应立即用大量水冲洗。酸灼伤再用1%碳酸氢钠溶液冲洗;碱灼伤则用1%硼酸溶液冲洗。最后再用水冲洗。严重者要消毒灼伤面,并涂上软膏,送医院就医。

(2) 被溴灼伤时,应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后用甘油加以按摩。

(3) 如被灼热的玻璃烫伤,应在患处涂以正红花油,然后擦一些烫伤软膏。

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

## 6. 实验室常用的急救药品

(1) 医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤膏、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%)、硫代硫酸钠溶液(2%)等。

(2) 医用镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等。

## § 1.2 微型化学实验仪器的配置

进行微型半微型有机化学实验,就必须有相应的仪器配置。目前国内已有几种成套的微型化实验仪器研制成功,并投入了批量生产。根据有机化学实验的特点,以及我国高等学校本科教育实际情况,并结合我们多年的研究摸索和教学实践,研制了一套“便携式微型玻璃实验仪器”,获得了国家专利。在使用过程中,经反复修改和完善,现已形成定型产品投入批量生产。目前,这套仪器已经在国内多所高等学校推广使用,经实践证明效果良好,能做出明确的实验结果,满足教学大纲的要求。

整套仪器由一个操作平台,46个品种和61个部件构成。与常规仪器相比,它具有以下特点:

(1) 该仪器具有一个操作平台(25 cm × 35 cm),所有的仪器装置均可在同一平面台上组装并完成实验操作。仪器装置形成一个整体,使实验显得安全有序,克服了脏、乱、差现象。并且平台上设计有三个不同大小的圆孔,以便实验中放置圆底烧瓶。

(2) 所有口径采用磨砂标准 10 mm 口径,组装、拆卸都很灵活、方便。

(3) 能用它进行基本操作、单步骤合成实验、多步骤合成实验以及天然产物的提取分离实验等。

(4) 可减少试剂用量70%~90%,节省实验经费75%以上,缩短实验时间1/3~1/5,并显著减少实验污染。

(5) 该仪器外观新颖、配置合理、可操作性强,且携带保管方便。仪器的设计、组装和操作方式既作了大胆的改革创新,又继承了传统装置的基本特征和优点。

图 1.2.1 以及彩图 1 至彩图 22 是该仪器的零部件构成、配置及部分实验装置组合图,在实验过程中可以参考使用。

表 1.2.1 “便携式微型玻璃实验仪器”配置的部件及规格 mm

编号	品名	规格	单位	数量	编号	品名	规格	单位	数量
1	圆底烧瓶	5/10	个	1	23	刻度滴管	2 mL	支	1
	圆底烧瓶	10/10	个	1	24	减压毛细管	100 × 10	支	1
	圆底烧瓶	15/10	个	1	25	冷指	10 <sup>#</sup>	只	1
	圆底烧瓶	25/10	个	1	26	抽滤瓶(厚壁)	25/10	只	1
	圆底烧瓶	50/10	个	1	27	熔点测定管	15 × 100	只	1
2	三角烧瓶(锥形瓶)	5/10	个	1	28	油水分离器(简称分水器)	10 × 2	只	1
	三角烧瓶(锥形瓶)	10/10	个	1	29	量筒	5 mL	只	1
	三角烧瓶(锥形瓶)	25/10	个	1	30	干燥管	10 <sup>#</sup>	只	1
3	三口烧瓶(直口)	25/10 × 3	个	1	31	烧杯	10 mL	个	1
4	三口烧瓶(斜口)	25/10 × 3	个	1		烧杯	25 mL	个	1
5	刺形分馏柱	75/10 × 3	根	1		烧杯	50 mL	个	1
6	温度计套管	10 <sup>#</sup>	支	1	32	展开槽(配盖)	32 × 45	套	1
7	蒸馏头	10 × 3	只	1	33	磁力搅拌子	小号	个	1
8	直形冷凝管	100/10 × 2	支	1	34	水银温度计	0 ~ 100	支	1
9	分馏头(克氏)	10 × 4	只	1		水银温度计	100 ~ 250	支	1
10	弯管塞	10 <sup>#</sup>	只	1	35	脂肪提取抽出筒	25 × 70 × 24	只	1
11	真空接受管	10 × 3	只	1	36	漏斗架		只	1
12	球形冷凝管	100/10 × 2	支	1	37	操作台板	350 × 250 × 8	块	1
13	空气冷凝管	100/10 × 2	支	1	38	烧瓶夹	小号	只	2
14	砂芯漏斗	25 × G3	只	1	39	长支撑杆	300 × 8 × 6	根	1
15	实芯塞	10 <sup>#</sup>	只	2	40	短支撑杆	150 × 8 × 6	根	1
16	具塞色层分析柱	155	根	1	41	十字夹	小号	只	2
17	筒形恒压分液漏斗	25/10 × 2	只	1	42	T形管	7 - 8 × 100	支	1
18	酒精灯	60 mL	盏	1	43	弯管	8 × 150 × 30	支	1
19	漏斗	35 × 10	只	1	44	注射器(配针头)	5 mL	支	1
20	接液管	10 <sup>#</sup>	只	1	45	扳手	小号	把	1
21	接头	10 × 24	只	1	46	镊子	12.5 cm	把	1
22	梨形分液漏斗	15 mL	只	1	47	橡胶热片	10 × 6	只	6

## § 1.3 实验预习、记录、实验报告和产率计算

### 一、实验预习

实验预习是有机化学实验的重要环节,对实验成功与否、收获大小起着关键的作用。为了积极主动、准确地完成实验,避免照方抓药,必须认真做好实验预习。教师有义务拒绝那些未进行预习的学生进行实验。预习的具体要求如下:

(1) 将本实验的目的、要求、反应式(正反应,主要副反应)、主要反应物、试剂和产物的物理常数(查手册或辞典)、用量(g, mL 或 mol 等)和规格摘录于记录本中。

(2) 写出实验简单步骤。每个学生应根据实验内容写成简单明了的实验步骤(不是照抄实验内容)。步骤中的文字可用符号简化,例如试剂写分子式,加热 =  $\Delta$ , 加 = +, 沉淀 =  $\downarrow$ , 气体逸出 =  $\uparrow$ ……仪器以示性图代之等。学生在学习初期可画装置简图,步骤写得详细些,以后逐步简化。这样在实验前已形成了一个工作提纲,使实验有条不紊地进行。

(3) 列出粗产物纯化过程及原理,明确各步操作的目的和要求。

### 二、实验记录

实验记录是培养学生实事求是、认真严谨的科学素养的重要环节。实验者要认真观察实验中的各种现象,忠实记录所用物料的量、浓度和反应中的温度变化、颜色改变、放热情况、形态特征以及测定的各种数据。记录要做到简明、扼要、字迹整洁、条理清楚。也可让学生填写原始记录卡,原始记录卡的格式可由实验室统一设计。以下是一种可供参考的原始记录卡格式:

## 有机化学实验原始记录卡

学生与实验报告一起交实验课教师  
教师与备课教案一起交实验室主任

姓名\_\_\_\_\_实验组(桌号)\_\_\_\_\_实验日期\_\_\_\_\_

实验名称\_\_\_\_\_

一、主要试剂用量与规模：

二、实验现象与实验数据记录：

三、实验结果(产品数量、性状、外观、物理常数)：

四、存在问题(含仪器装置使用情况)：

任课教师签名\_\_\_\_\_

有机化学实验室

## 有机化学实验报告

姓 名\_\_\_\_\_班 级\_\_\_\_\_桌 号\_\_\_\_\_

实验名称\_\_\_\_\_

实验日期\_\_\_\_\_室温\_\_\_\_\_

一、实验目的要求：

二、实验原理和反应式：