

实验室操作经验

实验（室）中应注意的诸多问题

在酸性或碱性条件下做的反应，如果可能的话，产品后处理的时候，尽量中和一下。否则，产品放久之后可能会分解。

我们这儿用完重氮甲烷后，总会加点酸去破坏剩余的重氮甲烷。有位哥们胆子大直接用浓盐酸（应该用稀的盐酸或醋酸），结果和残余的碱剧烈放热，重氮甲烷的乙醚溶液呀~~~~就这样把他征服 爆炸了还有一位老师就是分液漏斗的塞子上没涂真空脂，一摩擦就把乙醚给烧起来了 好恐怖呀

大家用重氮甲烷时一定要千万注意，第一次最好有个有经验的人在旁指导，不要自己随便做，量也不要太大，亚硝基甲基脒最多 25 克 别贪多，要是需要量大就分几批去做

夏天用乙醚的时候一定要注意。我今年 8 月用乙醚萃取，只在分液漏斗里轻摇了一下，正要准备放气，炸了，还好没伤到我。我的产品阿！！

有一次我做分液萃取，先是用 50ml HCl 洗涤有机相（含产品），然后再用 50ml 5% NaHCO₃ 洗涤产品，结果振摇的时候，塞子被冲开了，产品全部喷出来了。原因是没有放气。

大家洗涤产品的时候一定要小心，如果洗涤会生成气体的话，一定要注意放气。

就在本周，我们所一天内连续发生两起重大安全事故。某博士生在使用过氧乙酸的时候，没有带防护眼镜，结果过氧乙酸溅到眼睛，致使双眼受伤，肿得到现在还不能睁开，还不知道以后会怎样。另一个博士生在使用三乙基铝的时候，不小心弄到了手上，由于没有带防护手套，出事后也没有立刻用大量清水冲洗，结果左手皮肤严重，需要植皮。

两起事故都有一个共同点：麻痹大意，不按照安全规则操作。如果带了防护眼镜，手套的话，后果就不会这么严重。而且资料显示，越是博士生，做实验越不谨慎。总抱着侥幸心理，认为不会出事，结果河里面淹死的就是那些会游泳的。

在有机所的五年，耳闻目睹了很多安全事故，深感多一份细心，多一份保障。现将我所知道的实验室里面的潜在危险总结如下：欢迎大家就自己知道的进行补充

一、溶剂处理方面的潜在危险。

A、溶剂无水处理前，一定要预处理

对于低沸点的溶剂，如乙醚，正戊烷等一定要先用干燥剂预先干燥，然后再加入钠丝进行回流，并且加热不能过快过高。因为，一旦溶剂里面的含水量过大，那么生成氢气很剧烈的话，溶剂极易冲出体系，然后遇见明火或正在加热的电阻丝，发生爆炸。这一点在有机所是有先例的，当时的惨状是，爆炸的冲击波从三楼冲到顶楼，把通风装置炸的粉碎。包括对面实验室的整扇窗都被推倒。

对于醚类溶剂，如果生产时间较长，或者久置不用的话，一定不要震动，同时要加入还原剂，除掉生成的过氧化合物。也是一个博士生，在处理久置不用的处理 THF 的装置的时候，刚一拔磨口活塞，就发生爆炸，满脸血肉模糊。

用钠处理的溶剂和卤代烷溶剂处理装置不能公用一个与大气相连的装置。有些同学为省事或节约空间，把所有溶剂处理装置中保证与大气相通的装置相连，这样做的危险是很可能如果卤代烷，特别是二氯甲烷，加热的时候温度较高，无法冷凝下来，这样，有可能密度较大的卤代烷就会顺着相同的管道，进入用钠丝干燥的溶剂的体系。一旦出现这样的事情，肯定是爆炸。大家知道，卤代烷在金属钠的作用下的偶联反应非常剧烈。

B、废溶剂的处理，绝对不要发生酸性液体和碱性液体，氧化性液体和还原性液体的混装，这样非常危险。在有机所，废液桶爆炸不是一次两次。对于 SOCl₂, PCl₅, PCl₃ 绝对不能未经处理就放入废液桶，后果也很危险。

二、实验操作方面的潜在危险。

- 1、对于加热、生成气体的反应，一定要小心不要成了封闭体系。
- 2、应该小心滴加、冷却的反应，一定要严格遵守，不要图省事。

3、反应前，一定要检查仪器有无裂痕。对于反应体系气压变化大的反应，大家一般都会注意。但是，有些问题就是在你想不到的时候出现。我在一次萃取的时候，量在2升左右，发现分液漏斗有一个裂痕，以为没有问题。结果，在手中刚一摇晃时，就炸开了。20%的KOH溶液喷了我一脸，更可怕的是，溶液顺着桌面进入插座，引起电源短路，然后引发火灾。

4、对于容易爆炸的反应物，如过氧化物，叠氮化合物，重氮化合物，无水高氯酸盐，在使用的时候一定要小心，加热小心，量取小心，处理小心。不要因为震动引起爆炸。举三个例子如下：

某副教授在有机所进修时，加压蒸馏一容易分解的化合物，由于加热没有控制好，发生爆炸，场面极其血腥，胸口的洞缝了五十多针！

某研究生，在做关于过氧化物的实验时，用旋转蒸发器浓缩含有过氧化物的溶液，完毕，不是小心地把空气放入，而是一下子就通气，结果由于空气的撞击引发爆炸，甲级甲等残废。我们今天看到的现场的照片是：一截手指头血淋淋地沾在玻璃上。（这也是加压蒸馏通气时为什么要慢慢来的原因）

某工作人员，在做叠氮化合物的实验室，反应都处理好了，他觉得反应容器要处理一下，结果在打开瓶盖的时候，一用力，爆炸。

最后是一句忠告，不清楚的实验，不了解化合物性质的实验，精神状态不好时，一定要当心

（2）配体的纯度对于做不对称催化的，以及利用配体来改进某些金属催化反应的化学工作者来说，至关重要。但是，不同批次合成的配体，其纯度由于采用原料的不同，或者纯化时所用的硅胶等材料的性能有所不同，就会导致反应的结果不能重复。如果前后配体的纯度有差异，或者溶剂等使用的不同，导致反应条件筛选前后不是在可比较的前提下进行，有可能导致一些好结果的埋没。

我们在发表论文时，详细写清楚试验的操作，试剂的纯化方法，就是为保证别人按照相同的方法处理，可以重复试验结果。因此，我们必须保证自己的实验方法是在同一条件下进行。

我们在实验过程中，确实也发现某些实验数据较难重复，这个问题不少从事不对称研究的小组都曾碰到。分析其原因，可能有以下几点：1、配体的纯度不符合要求，所以反应的活性和对映选择性与以前的结果不相吻合，特别是分离纯化时用的溶剂和硅胶质量得不到保证，导致按照以前纯化条件得不到符合研究工作的要求纯度的配体；2、反应的操作存在误差：这突出表现在称量这一环节。由于配体和金属盐的量均只有几毫克，静电的干扰在天气干燥的时候尤为突出；3、反应的溶剂多为丙酮，CH₃CN和卤代烷等难以检测其含水量的溶剂，不同批次处理的溶剂，可能含水量不同，从而导致反应结果不能重复。

为了保证实验数据的可重复性，我们摸索并建立一套配体纯度检验的方法和标准的反应条件。特别是配体30a在几个反应中展示了优异的性质后，这一要求对于开展其他研究尤为关键。

经过较长时间的实践，我们总结得到以下经验供参考：

A、标准反应条件的建立

1、配体合成所用的CH₃CN、三乙胺和四氯化碳按照标准方法处理，再经小量反应证明合格后（能合成出配体），保存在活化后的分子筛中供使用。

2、条件实验中所用的溶剂，如果不能通过指示剂显色来确保其无水，则严格按照标准方法处理后，再经活化后的分子筛进一步处理后，蒸出使用；对于已经筛选出的最佳溶剂，每次新处理后，均用标准反应检验，ee值与以前的实验符合后才能使用。

3、称量过程中，尽可能避免静电的干扰。

B、配体纯度方法的建立

1、对于合成的新配体，在用磁氢谱和碳谱测定初步纯度后，先用于某一反应得到一个关于反应速率和ee值的数据；然后，用不同的展开剂再次纯化配体后并取其最纯的部分，在相同的条件下重复与前相同的反应。如果反应情况（包括速率和ee值）变化不大，表明配体的纯度已经合格；如果反应结果有明显改善，这表明配体纯度有了提高，这需要再次纯化配体，直

至反应结果的不同在误差范围内,才表明配体纯度已经合格。举例如下:对于配体 30a,先用石油醚和丙酮(4:1, v/v)的展开剂经柱层析得到一淡黄色的油状液体,虽然此液体经核磁鉴定,纯度已经很好,但是用同 f 啉配体最常用的模型反应-DA 反应(eq 1)一检验,在以 $\text{Cu}(\text{OTf})_2$ 为 Lewis 酸, CH_2Cl_2 为溶剂, -30°C 的反应条件下,却发现反应几乎不进行。再用石油醚和乙酸乙酯(1:1, v/v)的展开剂进一步纯化后,再在相同的条件下一试,反应在一小时内结束, ee 值为 36%。将配体再次纯化后,重试反应,反应时间和反应的 ee 值不变。于是认为配体已经很纯,可以用于反应的条件筛选。每次重新合成出来的配体,都在此反应条件下反应。当反应时间和 ee 值均与上述结果相符,表明配体纯度合格后,才能将配体用于条件反应

(3) 首先,你从现在起,有时间就泡在实验室,观察你的师兄们是如何操作的,每一个细节都不要放过。仔细想一想,为什么要这样操作,不懂就问,直到你弄清楚了为什么要这样操作。你也可以想清楚原因后,再去和其他师兄交换意见,看看别人的想法。当然,刚进实验室,你肯定要当当下手,多跑跑腿,这样才能和师兄们套近乎,他们也才愿意和你多交流。

其次,进入实验室后,失败是经常的,但是你一定要弄清楚失败的原因。不要在还没有弄清楚原因的情况下,盲目再进行相同的实验操作。记住,分析好原因后,再做试验,做一次试验,就要排除一个可能的因素。不要因为怕导师说你反应开得少,就开一大堆试验。这样的结果是让你陷于大量的体力劳动,没有时间思考,总结提高。

在做每一个实验之前,不要查到一篇文献,就马上按照文献方法去试。反复调研文献,看一看,要得到目标产物,有哪些方法,每种方法的优点和缺点是什么,经过反复比较,选择最方便的开始。这不但是提高工作效率的捷径,而且是在培养你的判断能力,也是在积累你的经验和知识。你想,一个实验你就可以积累一系列资料,一个学期下来,你将有多大的收获?这种方法累,但是绝对有效。我相信,只要坚持,毕业的时候,你会脱胎换骨。

对于你所采用方法的文献,实验步骤的每一个细节,要问问什么这么做?如果不这样做,后果是什么?能不能用其他方法代替?参考其他合成相同产物的文献,看看别人的实验步骤又是如何?他们做了什么改动?为什么要这样改动?因为实验是相通的,这些问题你一旦掌握了,坚持一个月的时间,其他问题也就迎刃而解了。

在我的周围,有很多人一直到要博士毕业了,这些问题都没有解决,吾未见其明也。

(4) 关于 DMF 的无水处理方法引起这么多争议,实在出乎我的意料。不可否认,不同的实验对试剂、溶剂的纯度等各方面的要求不同。不需要严格无水的反应,你去进行严格的无水处理就是浪费时间;反之亦然。我也承认,有时候试剂中的一些微量杂质的存在,往往会使反应有出人意料的结果。在我所知道的范围(上海有机所)内,就有两个这样的例子:李安虎博士(戴立信小组)在首例通过叶立德途径实现的高立体选择性的氮杂环丙烷的反应中,使用的是未处理的国产分析纯 CH_3CN 溶剂。文章在 *Angew. Chem. Int. Ed* 上发表后,引起了一位法国科学家的注意,但是他在重复该试验的过程中,发现直接使用商业化的分析纯 CH_3CN 溶剂不能重复反应结果,只有在反应体系添加一定量的水后才能重复试验结果,于是专门撰文指正。我们分析原因,认为是国产试剂的含水量比进口试剂的要高;第二个例子是:袁宇博士在杂 DA 反应中,发现试验结果不能重复,而且所用的苯甲醛越纯,反应结果越差。从而想到了最初使用的苯甲醛可能有部分被氧化成苯甲酸,进而发现使用酸为添加剂可以大大改善反应的结果(文章发表在 *Chem. Eur. J*)。

但是,这并不意味着我们的试验不需要严格按照标准方法。特别是当我们在进行未知领域的探索时,需要对反应成功(或者失败)的原因进行总结。如果我们反应所使用的试剂或溶剂含有少量的杂质,那我们如何保证试验的可重复性?我们又如何根据实验结果来分析,设计下一步的实验方案,改进试验结果?

按照一套标准的实验方法进行操作,对于新进实验室的同学更为重要。因为失败是新手们的常事,如果我们不能保证我们试验试剂的纯度以及无水要求是否满足等等,那么一旦实验失败了,我们如何寻找原因?到底是操作失误还是其他?

作为一名即将毕业的同学，在几年试验生涯中，深感按照标准方法试验的重要性。可能是因为我从事的不对称催化对杂质的敏感程度较高，所以我在几年中，曾经花了很 多时间来重复，寻找原因。

我很庆幸我刚进实验室时，接受了一位师姐的忠告，即一切溶剂、试剂严格按照标准方法处理，哪怕他再繁琐。这个方法就是我推荐给大家的书《Purification of Laboratory Chemicals》，Edited by W. L. F. Armarego and D. D. Perrin, 4th Edition, 这也是我们上海有机所每个课题组的导师要求学生严格执行的。因为这本书是 不断综合文献中的最新处理方法，和对各种方法的不足之处的最新发现而修订的。

在我的第一篇文章（J. Am. Chem. Soc）发表半年后，有位韩国化学家到我们所交流的时候，专门提到在他们花了半年的时间合成了一个和我合成的一模一样的配体的时候，却非常失望发现我们的文章都已经发表了。我为什么感谢那位师姐？因为我接受她的忠告后，各种溶剂严格处理，所以只花了两个星期就合成了该配体。而事实上，在我文章发表后，还有国内同行不能重复合成该配体，我们课题组的其他同学一开始的时候也不能重复合成，原因无他，他们的溶剂处理都有问题。

有同学提到，他们的处理方法是参照某某文献的，事实上，很多文献的处理方法是不完善的，也在不断变化的。所以才会有专门的丛书来总结。我想进入实验室时间较长的人，都会发现有些文献的结果是很难重复的，仔细研究他们的实验方法，你会发现有些操作是完全没有必要的，有些是错误的，当然也有可能作者有所保留。

提高我们的化学素养，其中之一就在于根据自己的知识，去判断文献的正确与否，而不是盲从。

说一个减压蒸馏的问题吧。

我在对一个取代的苯乙腈产品进行减压蒸馏时，由于粗品中有一定的 NaBr 没有能够完全除去，所以在蒸馏的过程中可能是由于 NaBr 的升华，造成了在进行了一段时间后真空度急剧下降，我当时没有注意到是这个问题。所以，我将近 1kg 的产品就那样 KO 了！悲惨！

因此，提请大家在进行减压蒸馏的时候一定要多加小心。最重要的一点是：在减压蒸馏过程中不要离开~！要时刻关注压力的变化，以便采取积极措施！

我做实验总是嫌麻烦，不喜欢戴胶皮手套。因为经常使用浓硝酸和双氧水，已弄到皮肤上就很痛，皮肤不是变白就是变黄。尤其最近关于巨能钙双氧水的报道，我真的好害怕那天也因为双氧水.....希望 XDJM 不要嫌麻烦，一定要爱护自己。

还有在使用高锰酸钾的时候也要注意类似问题。在医院的皮肤外科经常会开一些高锰酸钾作为外用洗涤用药，医学名叫 pp 粉。由此一个 PPMM 托男朋友从化学系弄了一点回去洗.....结果弄到全部变黄了而且很痛，主要是她把浓度配的太大了。引以为戒啊！！

用铝镍合金滴加浓碱加氢还原,注意滴加速度一定要慢!因为反应强烈放热,可能会导致暴沸乃至爆炸事故!

另实验中反应烧瓶里添加物料一定不要错过烧瓶溶剂的 2/3.有一次我加多了,结果反应过程中加热后物料体积增大的有点厉害,全部溢了出来,我的油浴锅废了.....

除掉反应后剩余的钠需要将钠用无水乙醇处理,以免发生爆炸.

还有一个实验教训, DMF 不要用 Na 进行去水干燥。有一次我们实验室有同事将 5 升的烧瓶进行这个操作，结果得到一锅“粥”，估计两者发生了反应！

用硫酸镁干燥聚乙二醇，结果会是一锅粥！！

催化加氢用的催化剂一定要防止着火！！

不知道大家的搅拌套管安装胶皮的时候有没有出现过失误，我亲眼看见一个同事由于用力过猛被玻璃套管把手扎破，最狠的是一个同事在给冷凝管接皮管时居然把手腕的筋都扎断了，决不是危言耸听，这都时血淋淋的现实！

不知道各位是否经常用高压釜反应，个人觉得这家伙的危险系数比较大，应该时刻注意压力的变化，有一个我做了很久的氨解实验，一直都是好好的，就放松了警惕，结果有一次压力

突变到 120kg, 还好没爆炸, 不然我就完了

高压没感觉有什么危险, 我们单位的高压釜 120kg 的是个 500l 的, 没什么问题, 说到突变的情况, 什么事情都有可能, 搞化工 8 年, 大火爆炸目睹的不少于 8 次

我的同事用玻璃针筒过滤器过滤时玻璃针筒破裂, 划破手掌, 差点短掉神经。

烘滴液漏斗、分液漏斗的时候, 最好取下活塞之后烘, 否则, 由于膨胀系数不一样, 活塞会把漏斗胀破

我就烘坏了好几个恒压漏斗, 结果浪费了老板很多 money. 一个 1000ml 恒压漏斗要 40 元, 心都碎了。

化学的危险性特别的大啊, 前些天我们实验室楼上一个兄弟做的叠氮化物, 那时是夏天, 他一直在室温下做, 也没什么问题, 可是不知道那天怎么了, 只是轻轻晃一下就炸的血肉模糊了还好他带了护目镜, 镜子都碎了, 但还好没有伤到眼睛

所以大家作实验一定不要报侥幸心理, 一定要错杀一千也不能放过一个啊呵呵千万要小心, 还有最不能让我理解的是竟有很多研究生能把没有任何处理的钠扔到垃圾桶里, 我对面那组的实验室我老师将已经发生过两次火了, 都是刚着了我们组的老师看到了, 帮他们灭了(他们实验室竟没有人)这种低级错误可能是很少有人犯吧。

实验中如果要用酸度计, 务必遵守酸度计的使用条件如温度 / 湿度等

我记得我就在实验中吃了亏, 分析结果不对, 我从缓冲液—试剂一路找来, 最后竟发现只是天气变冷了而已

一定要牢记温度的概念, 每一步反应的温度都要准确记录, 不要记录笼统性的室温, 甚至后处理的温度都要记录。许多技术交到工厂之后, 重复不出来, 就有可能是温度的原因。

我有一个项目, 夏天做的好好的, 到了冬天, 突然就不行了。后来我改了反应条件和重结晶条件, 才搞出来了。吓人啊, 100 万的项目, 如果出问题, 偶就只有下课了。

高压反应釜一定要安装防爆片;

易燃爆气体, 试漏一定要严格(用‘电子笔’);

用电设备不要自己检修(我们单位就有人差点送命);

有毒的实验环境一定要通风良好, 戴防毒用具;

实验室要有良好的实验习惯, 严格的操作规程, 问责制度

大家在蒸馏或精馏过程中不要忘了开冷凝水, 是严重一些不起眼的错误可能导致不可挽回的损失!

我见过有人在做无水乙醇与金属钠反应的实验之后, 把残余物随手倒到水槽中, 结果没有反应完全的金属钠正好碰到水槽中残余的酸, 发生爆炸性的反应, 一个火球飞出来, 幸好没有伤到人!!!

用 CaCl_2 干燥管之前, 务必检查一下干燥管是否是通的。

我就是因为没有检查, 好几次回流, 温度上去后, 干燥管被上升的热空气顶飞, 炸裂。

我一个师弟出力高氯酸银的时候, 瓶口残留的一点, 塞子一磨就爆炸了, 还好瓶子里面几克的东西没炸, 不然他就飞了

大家使用三氯化铝的时候一定要小心, 遇水会强烈反应, 甚至爆炸!

做 NaH 的时候, 搅拌不小心, 瓶子破了, 台面上又有水, 一下子就爆炸了, 真的是很危险。

用双氧水、间氯过氧苯甲酸等氧化剂的时候, 后处理一定要加还原剂处理彻底, 然后是非常容易爆炸的。

一次做实验时不小心沾到苯酚, 烧掉一层皮, 教训啊! 当时还用稀 NaOH 洗来着。另一次忘了关水, 结果第二天发水了。

说起来很惭愧, 我也经历一个差点出事的实验。我有一次借用别人的悬挂式酒精喷灯时, 由于用的时间较长, 输酒精的塑料管(应该是橡胶管的)与喷灯的接口处着火, 好在酒精不多了, 一边在管的一端夹死(不让酒精流出), 一边用一块大的湿抹布按灭着火处。尽管事故被及时排除, 我仍然被吓出一身冷汗。

做高压反应实验的时候,一定不能够带压操作!在动阀门和螺钉时一定要检查放空管是否开启,不然,可能会飞起来的,十分危险!

大家做实验一定要仔细,不可麻痹,有次我做减压蒸馏,没把冷凝系统固定牢,结果哦,溶剂从瓶口喷了出来,呜呜,产品也被喷出去了!

做过贮氢试验的 LaNi₅ 粉末不要直接倒到垃圾桶,因为颗粒极细容易氧化燃烧,我们试验室我就见过几回,还好有人在,不然后果不堪设想,最好用湿纸包住。

需要控制 PH 的时候,一定要用酸度计,不要用试纸,我做过一个实验,两者差了 3-4,哈哈,结果可想而知

格式反应需无水四氢呋喃,用金属钠去水。蒸出来后把烧瓶放置了几天,误以为钠已经全反应,就没加醇直接加水进去,开始也没什么异常,过一会,开始冒烟.....爆了!幸好只小伤。心有余悸啊!

过氧化钠与水反应,用带火星木条检验。由于平时个人的化学实验素养不怎么样。都是贪多!我取了三药匙的过氧化钠,但是只加入几滴水,用带火星木条检验,成功。后来好奇新心起作用,我把带火星木条伸到试管底部,结果——爆炸!幸好我取试管的时候取的是硬质大试管。否则小命都没了!原因是:试管底部还有大量的过氧化钠和少量的氧气。把带火星木条伸到试管底部,首先生成二氧化碳,而二氧化碳又与过氧化钠反应生成氧气,带火星木条再与氧气反应生成二氧化碳.....这样一下子产生大量气体就爆炸。

所以我们在做实验的时候,一定要严格按照用量去做。

本来是非常简单的中学实验,但是由于用量问题,几乎要了一个大学生的命!

新的砂芯漏斗使用前必须处理好,否则你就等着听响吧!

我来说说把,反应液用酸洗以后,如用 NaHCO₃ 中和,应先用水洗,不然分液时产生大量的气体。

在处理干燥剂时一定要小心,不要忙目的通过外观下结论,一定要弄清楚具体是什么,有一次我处理时看见是失效的氧化钙,结果里面有钠,乖乖,差点把小命给赔了。小心,小心,尤其是别人留下的。

丙烯酸也挺危险,上次一个师妹用磨口瓶装了半瓶,放在了阳光比较强的地方,爆了,差点毁容。

缓慢升温时切记不要离人,不知毁了我多少实验!分液漏斗分离热液旋塞很容易卡死,上个月我捏碎一只,只得在手上贴上多处创口贴,再奋斗三天!

我也献丑说上几句吧,在做有机合成时,有时候最后季铵化阶段,总是做不成,因为酸碱中和迅速放热,产生泡沫,后来中和初期加入消泡剂,效果良好。

加压过柱时,要注意防止因压力过大淋洗剂冲出来。尤其是添加淋洗剂时

加氢还原是,钯炭或雷尼镍一定要当心,不要放在空气中,我有一次做辛弗林合成时,钯炭用乙醇保护时有部分钯炭露在空气中造成燃烧,爆炸。多亏当时救的及时,否则一吨多的乙醇就在旁边釜中,后果将不堪设想。各位一定要小心

减压蒸馏结束后,最好冷却后去真空。

有个厂就是因为没冷却发生爆炸,我也有次着火。

硝化处理食品样品也要注意,一般用硫酸、硝酸、高氯酸混合酸法消化,消化时一定要不求快,不然处理大量的淀粉类样品时会发生爆炸。

以无水三氯化铝作催化剂进行付-克反应,使用回流水吸收放出的氯化氢.一次,反应完成后进行冷却,温度从 80 度降到 40 度,由于没有及时排空,水倒流到物料中,结果物料都冲到天花板上去了,好吓人!想起来就害怕.各位要注意产生负压的情况。

最近我做合成实验两个星期了,照着文献上做的,可是文献上在产物后处理上只用了四个字(乙醇沉析)解释就完了,将产物从 pH 14 以上和 NaCl 除去,我只好先做上一次试验性的实验了,开始的时候以为只用乙醇就可以了,所以拼命去加乙醇,累死了,浪费了 5-6 瓶无水乙醇,还是不能把 PH 值降下来,当然到后来 NaCl 也是不能的了,后来我想了想呀,

不是用乙醇沉析吗，沉就是沉下来的意思，用什么析呢，当然是无水乙醇了，那得在溶解在什么溶液当中才能起沉析作用呀？所以我一下想到了，还得不断地加水然后再加乙醇呀，这样才能得到最后的结果呀，对可溶性 B-环糊精产物在水中有强溶解性在乙醇中马上会析出来变得很粘，可是再加点乙醇时再搅拌上一会就会不粘了，再搅拌时还会出现一点粘性也没有的颗粒，正好可以抽滤出来得到产物。所以得要点儿耐心重复文献实验，和反复推敲其中包涵或隐藏的一些细节和注意事项及条件，这样的话你才能把你的实验做好呀。

今天我见到了氨基钠，手册上说是绿的，可见到的是白的（表面吸潮变成了氢氧化钠，又跟二氧化碳反应生成了碳酸钠），硬得跟石头一样，我用铁架台砸了半天才砸碎。由于表面积变大，又跟空气里的水分反应，烫死我了。一开始我没带手套，手上沾了不少，不过马上拨下去，没什么事。即使如此也够吓人的，那可是强碱！！！！

三氯化铝（无水）后处理的时候，遇水生成的气体是 HCL，大家要注意啊，我那一次急着回去，加水加急了，好在在通风橱里，喷的防护玻璃上全是粘呼呼的

在化学实验室里，安全是非常重要的，它常常潜藏着诸如发生爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性，如何来防止这些事故的发生以及万一发生又如何来急救。

1.安全用电常识

违章用电常常可能造成人身伤亡，火灾，损坏仪器设备等严重事故。物理化学实验室使用电器较多，特别要注意安全用电。下表列出了 50Hz 交流电通过人体的反应情况。

为了保障人身安全，一定要遵守实验室安全规则。

(1)防止触电

- 1)不用潮湿的手接触电器。
- 2)电源裸露部分应有绝缘装置(例如电线接头处应裹上绝缘胶布)。
- 3)所有电器的金属外壳都应保护接地。
- 4)实验时，应先连接好电路后才接通电源。实验结束时，先切断电源再拆线路。
- 5)修理或安装电器时，应先切断电源。
- 6)不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。
- 7)如有人触电，应迅速切断电源，然后进行抢救。

(2)防止引起火灾

- 1)使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。
- 2)电线的安全通电量应大于用电功率。
- 3)室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体，应避免产生电火花。继电器工作和开关电闸时，易产生电火花，要特别小心。电器接触点(如电插头)接触不良时，应及时修理或更换。
- 4)如遇电线起火，立即切断电源，用沙或二氧化碳、四氯化碳灭火器灭火，禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。

(3)防止短路

- 1)线路中各接点应牢固，电路元件两端接头不要互相结触，以防短路。
 - 2)电线、电器不要被水淋湿或浸在导电液体中，例如实验室加热用的灯泡接口不要浸在水中。
- #### (4)电器仪表的安全使用
- 1)在使用前，先了解电器仪表要求使用的电源是交流电还是直流电;是三相电还是单相电以及电压的大小(380V、220V、110V 或 6V)。须弄清电器功率是否符合要求及直流电器仪表的正、负极。
 - 2)仪表量程应大于待测量。若待测量大小不明时，应从最大量程开始测量。
 - 3)实验之前要检查线路连接是否正确。经教师检查同意后方可接通电源。
 - 4)在电器仪表使用过程中，如发现有不正常声响，局部温升或嗅到绝缘漆过热产生的焦味，应立即切断电源，并报告教师进行检查。

2.使用化学药品的安全防护

(1)防毒

- 1)实验前, 应了解所用药品的毒性及防护措施。
- 2)操作有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、浓 HCl 和 HF 等)应在通风橱内进行。
- 3)苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒。它们虽有特殊气味, 但久嗅会使人嗅觉减弱, 所以应在通风良好的情况下使用。
- 4)有些药品(如苯、有机溶剂、汞等)能透过皮肤进入人体, 应避免与皮肤接触。
- 5)氰化物、高汞盐(HgCl_2 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等)、可溶性钡盐(BaCl_2)、重金属盐(如镉、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。
- 6)禁止在实验室内喝水、吃东西。饮食用具不要带进实验室, 以防毒物污染, 离开实验室及饭前要洗净双手

(2)防爆

可燃气体与空气混合, 当两者比例达到爆炸极限时, 受到热源(如电火花)的诱发, 就会引起爆炸。

- 1)使用可燃性气体时, 要防止气体逸出, 室内通风要良好。
- 2)操作大量可燃性气体时, 严禁同时使用明火, 还要防止发生电火花及其它撞击火花。
- 3)有些药品如叠氮铝、乙炔银、乙炔铜、高氯酸盐、过氧化物等受震和受热都易引起爆炸, 使用要特别小心。
- 4)严禁将强氧化剂和强还原剂放在一起。
- 5)久藏的乙醚使用前应除去其中可能产生的过氧化物。
- 6)进行容易引起爆炸的实验, 应有防爆措施。

(3)防火

- 1)许多有机溶剂如乙醚、丙酮、乙醇、苯等非常容易燃烧, 大量使用时室内不能有明火、电火花或静电放电。实验室内不可存放过多这类药品, 用后还要及时回收处理, 不可倒入下水道, 以免聚集引起火灾。
- 2)有些物质如磷、金属钠、钾、电石及金属氢化物等, 在空气中易氧化自燃。还有一些金属如铁、锌、铝等粉末, 比表面大也易在空气中氧化自燃。这些物质要隔绝空气保存, 使用时要特别小心。

实验室如果着火不要惊慌, 应根据情况进行灭火, 常用的灭火剂有:水、沙、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器、泡沫灭火器和干粉灭火器等。可根据起火的原因选择使用, 以下几种情况不能用水灭火:

- (a)金属钠、钾、镁、铝粉、电石、过氧化钠着火, 应用干沙灭火。
- (b)比水轻的易燃液体, 如汽油、苯、丙酮等着火, 可用泡沫灭火器。
- (c)有灼烧的金属或熔融物的地方着火时, 应用干沙或干粉灭火器。
- (d)电器设备或带电系统着火, 可用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器。

(4)防灼伤

强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、冰醋酸等都会腐蚀皮肤, 特别要防止溅入眼内。液氧、液氮等低温也会严重灼伤皮肤, 使用时要小心。万一灼伤应及时治疗。

3.汞的安全使用和汞的纯化

汞中毒分急性和慢性两种。急性中毒多为高汞盐(如 HgCl_2 入口所致, $0.1\text{g}\sim 0.3\text{g}$ 即可致死。吸入汞蒸气会引起慢性中毒, 症状有:食欲不振、恶心、便秘、贫血、骨骼和关节疼、精神衰弱等。汞蒸气的最大安全浓度为 $0.1\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$, 而 20 度时汞的饱和蒸气压为 0.0012mmHg , 超过安全浓度 100 倍。所以使用汞必须严格遵守安全用汞操作规定。

(1)安全用汞操作规定

- 1)不要让汞直接暴露于空气中, 盛汞的容器应在汞面上加盖一层水。
- 2)装汞的仪器下面一律放置浅瓷盘, 防止汞滴散落到桌面上和地面上。
- 3)一切转移汞的操作, 也应在浅瓷盘内进行(盘内装水)。
- 4)实验前要检查装汞的仪器是否放置稳固。橡皮管或塑料管连接处要缚牢。

- 5) 储汞的容器要用厚壁玻璃器皿或瓷器。用烧杯暂时盛汞，不可多装以防破裂。
- 6) 若有汞掉落在桌上或地面上，先用吸汞管尽可能将汞珠收集起来，然后用硫磺盖在汞溅落的地方，并摩擦使之生成 HgS 。也可用 KMnO_4 溶液使其氧化。
- 7) 擦过汞或汞齐的滤纸或布必须放在有水的瓷缸内。
- 8) 盛汞器皿和有汞的仪器应远离热源，严禁把有汞仪器放进烘箱。
- 9) 使用汞的实验室应有良好的通风设备，纯化汞应有专用的实验室。
- 10) 手上若有伤口，切勿接触汞。

(2) 汞的纯化

汞中的两类杂质：一类是外部沾污，如盐类或悬浮脏物。可用多次水洗及用滤纸刺一小孔过滤除去。另一类是汞与其它金属形成的合金，例如极谱实验中，金属离子在汞阴极上还原成金属并与汞形成合金。这种杂质可选用下面几种方法纯化：

1) 易氧化的金属(如 Na ， Zn 等)可用硝酸溶液氧化除去。酸洗装置如图 I-5 所示。把汞倒入装有毛细管或包有多层绸布的漏斗，汞分散成细小汞滴洒落在 10% HNO_3 中，自上而下与溶液充分接触，金属被氧化成离子溶于溶液中，而纯化的汞聚集在底部。一次酸洗如不够纯净，可酸洗数次。

2) 蒸馏

汞中溶有重金属(如 Cu 、 Pb 等)，可用蒸汞器蒸馏提纯。蒸馏应在严密的通风橱内进行

3) 电解提纯

汞在稀 H_2SO_4 溶液中阳极电解可有效地除去轻金属，装置如图 I-6 所示。电解电压 5V~6V，电流 0.2A 左右，此时轻金属溶解在溶液中，当轻金属快溶解完时，汞才开始溶解，此时溶液变混浊，汞面有白色 HgSO_4 析出。这时降低电流继续电解片刻即可结束。将电解液分离掉，汞在洗汞器中用蒸馏水多次冲洗。

4. 高压钢瓶的使用及注意事项

(1) 气体钢瓶的颜色标记

(2) 气体钢瓶的使用

1) 在钢瓶上装上配套的减压阀。检查减压阀是否关紧，方法是逆时针旋转调压手柄至螺杆松动为止。

2) 打开钢瓶总阀门，此时高压表显示出瓶内贮气总压力。

3) 慢慢地顺时针转动调压手柄，至低压表显示出实验所需压力为止。

4) 停止使用时，先关闭总阀门，待减压阀中余气逸尽后，再关闭减压阀。

(3) 注意事项

1) 钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源的地方。可燃性气瓶应与氧气瓶分开存放。

2) 搬运钢瓶要小心轻放，钢瓶帽要旋上。

3) 使用时应装减压阀和压力表。可燃性气瓶(如 H_2 、 C_2H_2)气门螺丝为反丝；不燃性或助燃性气瓶(如 N_2 、 O_2)为正丝。各种压力表一般不可混用。

4) 不要让油或易燃有机物沾染气瓶上(特别是气瓶出口和压力表上)。

5) 开启总阀门时，不要将头或身体正对总阀门，防止万一阀门或压力表冲出伤人。

6) 不可把气瓶内气体用光，以防重新充气时发生危险。

7) 使用中的气瓶每三年应检查一次，装腐蚀性气体的钢瓶每两年检查一次，不合格的气瓶不可继续使用。

8) 氢气瓶应放在远离实验室的专用小屋内，用紫铜管引入实验室，并安装防止回火的装置。

5. X 射线的防护

X 射线被人体组织吸收后，对人体健康是有害的。一般晶体 X 射线衍射分析用的软 X 射线(波长较长、穿透能力较低)比医院透视用的硬 X 射线(波长较短、穿透能力较强)对人体组织伤害更大。轻的造成局部组织灼伤，如果长时期接触，重的可造成白血球下降，毛发脱落，发生严重的射线病。但若采取适当的防护措施，上述危害是可以防止的。最基本的一条是防止身体

各部(特别是头部)受到 X 射线照射,尤其是受到 X 射线的直接照射。因此要注意 X 光管窗口附近用铅皮(厚度在一毫米以上)挡好,使 X 射线尽量限制在一个局部小范围内,不让它散射到整个房间,在进行操作(尤其是对光)时,应戴上防护用具(特别是铅玻璃眼镜)。操作人员站的位置应避免直接照射。操作完,用铅屏把人与 X 光机隔开;暂时不工作时,应关好窗口,必要时,人员应尽量离开 X 光实验室。室内应保持良好通风,以减少由于高电压和 X 射线电离作用产生的有害气体对人体的影响。

记得有一次用热得快作水浴加热,接点温度计设为 50 度,于是中午开着实验离开了,下午到实验室一老师告诉我,水浴锅里的水蒸干了,结果热得快烧得短路了,幸好实验室电路状况还算良好,自动跳闸了,没引起太大的问题。于是总结出长时间加热最好还是能用油浴,但用油浴的话一定要有人看着。我们学校化工学院的研究生作实验好几次都是因为中午用油浴加热时离开实验室,结果油被引燃,引起火灾,为此化工学院已经开除过好几个学生。

我昨天做了一个实验:是固体和固体反应,开始我还没注意到有什么危险,后来我们老师说,这样极容易发生爆炸,告诉你们我的反应物一个是 NaH,虽然过程没有什么危险,现在想想还有点害怕,当时只有我一个人在,说不好听的,要是万一.....

还有,就是现在夏天做完实验要及时关闭电源,拔掉插头,我的好几台仪器都出故障了.现在都不好用了,耽误时间啊

真空烘箱使用时发生的问题:物料需要在 170-180 度烘,由于需要烘的量比较大,为保证温度场均匀,特定做一个三面传热的大真空烘箱,分三层烘,每层都放了温度计。由于未使用变压器来控制升温,而且由于想省时间,先用氮气置换后几乎是常压先升到 140 度,再抽真空时由于加热的滞后性,温度控制不住,超过了 200 度,达到了真空烘箱的极限,爆炸,当然,是向里爆,没伤到人,但那一批进口的贵重原料啊(胺类),立马变成了黑块。

做电分析时,用到滴汞电极,废液中有汞,一定要收集好,不要随便倒入下水道。最近实验室换水管,发现水池下水处全是汞,工人不懂,结果实验室一地的汞,要命啊!

用 Br₂ 时,千万不能接触皮肤

我有个同学上学作核磁的时候,一不小心把核磁管打断了。按学校规定要赔一半,要 40 多元。好伤心啊。另一个同学看断掉的半根核磁管很好玩,就把它放进核磁仪里,然后就再也拿不出来了。学校的老师查了半天又打国际长途,最后说要拆开仪器才行。那可是日本进口的,又是飞机,又是宾馆,还耽误了半年不能用核磁。别说一半,让他赔十分之一他也赔不起啊。系主任大笔一挥,一分钱也不用赔了。上一个同学更伤心了。高级仪器可不是好玩的。

我们有一次在实验室做双硫腙比色法测定溶液中剩余的铅离子和镉离子的时候,由于这当中要用到氰化钠,把氰化钠配制成某种溶液。在配制溶液时不小心把溶液的 PH 值调低了,结果溶液冒泡,产生氰化氢气体。幸好我们那个老师搞过这方面的实验,他有经验,眼看情况不妙,马上用氨水中和,才没有发生事故。呵呵,要是他不在旁边,我们自己做这样的实验,那我们肯定是挂了,上西天。所以提醒大家做实验时,要充分了解药品的物性和预计实验会产生什么样的后果。

1. 做实验要按规程,减压一定要用园底瓶,不可用锥形瓶,容易内吸爆炸,如果仅仅是回收溶剂,尚无大碍,如果是旋去溶剂得样品,萃取整个水浴锅,工作量.....
2. 有时候文献不一定完整,如果你按照文献去做,后果?我曾经按照四面体的一篇文献做硝化反应,文献说是一个小时滴完,我就***正儿八经的想 1h 滴完,我都计算出每分钟滴多少滴,结果,炸了,***,害死我了,差点破相、改变我的人生观,原因是没有观察温度,温度几乎在 5 秒钟之内上升 100 度,不炸才怪,所以,按照文献做反应的时候,如有可能,多思考一下,可能文献写的比较简单,不妨做实验之前多研究讨论一下。
3. 切记不可逞能,如果是危险的,但是自己认为难度并不是很难的,自己一时逞能,结果可能会害了自己。我们实验室水泵经常发生问题,我们自己捣鼓捣鼓,也就不以为然,有一次我爬桌子修水泵,脚下一划,反正结果是小腿逢了三针,还不敢告诉老板,只是休息了半天,第二天腿以瘸一瘸的就去实验了,那个,不是滋味,所以,做实验,一定要小心,不能逞

能。

1、用烧瓶加热回流提取质轻易飘浮的药材时，量比一般可以加的量要少些，不然药液沸腾时容易将药材冲到冷凝管，从而堵塞冷凝管下部，直接后果就是：砰！

2、实验时一定要常常注意观察。不能走开时间太长。

3、标签、记录千万要随时跟上，你认为一定能记得的东东，过两三天绝对在九霄云外了。

4、玻璃管、冷凝管上套胶塞时，一定小心用力，不要用猛力，我身边有几个人因为这个导致手流血长流。

1.每一次错误后都要认真找原因，再没有找到原因前不要急着进行下一次试验。

2.错误发生后不要气急败坏，这样不利于吸取教训。

我在实验室里的三件宝：笔、纸、签。

1、记号笔要随身带。烧瓶，烧杯等用一个编号一个，不要怕麻烦，一目了然，总比绞尽脑汁好。

2、纸最好小本，作一步写一步，有了灵感马上记下来。下班前往记录本上写。不要明日复明日。

3、签。有时记号笔写不了，或是需要保守最好贴上签，在本上记录好。日子长了总会有永不住的。

实验室重要的仪器维护。不要不出事就什么都好，仪器天天使就正常了，一但出事就不可想象了。仪器到维修日了一定要叫专业人士，仔细检查。出现异常现象，声响，味道。一定要好好观察，及时询问专业人士，切不可“自以为是”。一句话实验室无小事。小则费钱，大则生命。实在可怕！

三周前我将套在乳胶管上的一个三通玻璃管拔下来的时候，玻璃管裂了，手被划伤，伤口很深，还有碎玻璃碴在其中。请大家小心，做此类动作一定戴手套或垫白大衣。

做实验一定要做好记录，贴好标签。有的时候觉得自己记住了，偷个懒，结果一转眼就分不清楚了！有的用记号笔标记的，可是质量不过关，一不小心，遇有机试剂或者水就突然不见了，然后就对N个瓶子想啊想啊.....

请注意午间或夜间电压、水压的变化

本人曾做过一段时间的三甲苯的硝化反应，用的是浓硫酸和发烟硝酸，虽然是严格按照操作规程，且在加完硝化试剂让其继续加热搅拌趋于平稳后，我才离开实验室去吃中饭，但等吃完饭回去一看，通风橱内一片狼籍：里面的硝化物和酸全部被冲了出来，回流冷凝管也被折在了实验台上，所幸的是没有人受伤害。这其中的罪魁祸首是不稳定的电压：在中午时段关闭了许多仪器，使局部电压增高，导致加热装置在达到设定温度后还有一段后延，结果才酿成了这样的结果。所以，提请大家注意中午和夜晚电压的变化是否会对你的实验带来影响。此外，在夜晚进行回流反应时也请注意水压的变化，以前我也碰到过这样的情况，容易造成橡皮管冲出而漏水。

在用旋转蒸发仪蒸除溶剂时，一定要等压力稳定，溶剂蒸出时，人才能离开。特别是在蒸除象二氯甲烷这样的低沸点溶剂时，一定要注意保护，否则，终产物掉入水中，那才是欲哭无泪啊

出状况的是作为保护气的N₂。连续72小时的反应在进行到第二日下午的时候，自认为一切都很稳定了，半小时的晚饭归来，发现溶剂全被吹干，还好处理及时没有发生严重事故，但我的反应啊彻底泡了汤，欲哭无泪。检查下来，氮气瓶的阀门出的问题，半瓶氮气一股脑儿的冲进反应器。所以由阀门控制的一定要注意控制阀哦！

除了要注意贴好样品的标签以外，还应保证好样品有一个安全、稳定的放置，如存放在圆底烧瓶中的液体样品，有时一不小心，则可能前功尽弃、欲哭无泪。

标准磨口仪器，在使用完后，一定要及时拆卸，否则，时间一长，磨口则可能粘得很紧。

做LiAlH₄反应，除水。外用制冷剂，因为太大意，没用加料漏斗，结果LiAlH₄漏出了，烧了起来。大家可能不会犯同样的错。

还有更惨痛的，做中试放大，几步之后，投料万余，有机溶剂提取前忘了酸化，结果可想而知，没提出多少碱。而母液也因为别人用桶，倒了！！！痛苦！所以，不能太自以为是。

市售聚酰胺有一定的粒度规格，常用的为 60-90 目和 80-100 目，填料前一定要过筛分级。曾经一次用国产聚酰胺（80-100 目）装填，事先没过筛，湿法和干法各上了一根柱，结果洗脱液洗不下来，是因为颗粒过细，将整根柱堵死了。于是将其过筛，80-100 目只占了 1/6，大部分是超细粉，超过 120 目。于是将筛出的 80-100 目的重新装填，洗脱液能顺利洗下。此外，装柱前只能铺一薄层脱脂棉，不能太厚，也不能压得过实，否则洗脱液也无法洗下。此外，填好柱后，顶部必须用滤纸压住，勿用棉花。

其实有些东西是个人习惯问题，今天做实验时，要用大烧杯，看到实验台上放着一个，里面盛这点水样的东西，就顺手拿来用鼻子一嗅，顿时感觉失去了嗅觉，两眼流眼泪！这已经是第 N 次了。

1. 实验需要针对不同的试剂戴不同的手套，千万不能图方便。
2. 一定在实验前检查好所用仪器。

减压蒸馏 3 教训：

- 1 接收瓶一定不能侥幸用锥形瓶。后果——不堪重压，炸！！
- 2 做完立马拆装置。后果——冷却后拆比登天还难；
- 3 别空悬锥形瓶。后果——叮当！

擦桌子的重要性：我的一个同学没擦净桌上的油，结果点燃了桌面，连带自己的衣袖！提一点，开始做实验的时候，你也许不会忘记通水通电，拉真空。但是千万记得离开的时候要把水电关上，不管多晚都要跑一趟。否则，一早起来，实验室满地污水，费时劳神打扫还罢了，更重要的是老板对你还有好脸色？

用冷凝水的时候，千万记住把排空出口用抽气塞塞住，冷凝管要足够长，冷凝水要足够快，否则，溶剂蒸发完了哭都来不及。随时防备停水的可能，最好半小时看一趟，如果要离开的时候，拜托其他人照看一下，实验如果要过夜，最好是用容量大一些的热水泵打循环，不要开加热开关。或者干脆停了。

用玻璃仪器的时候，最好是买品牌货，比如可以向天玻或者是上海亚玻（我们最近向亚玻订购了一批。电话：021-66153169），否则，我自己下面的经历就会重演。我曾经在用真空水泵抽滤的时候，刚开始没事，但是等到真空度打到最大的时候，抽滤瓶（不知名品牌）爆了，通风橱里沾满了物料，几天的工作一下子全费了。而且，清理现场的工作，就用掉了一天的时间，至今，通风橱里还有当时的残料。而且，我们曾经向制作玻璃仪器的个体户订购过很多定做的仪器，虽然说东西是做出来了，但是在使用过程之中，问题不断。我自己做过统计，订购一百件仪器，能够正常使用到一个月，不到 40%。而且，不要相信他们先拿过来的样品，样品可能是他们请高手特制的，等大单子下了的时候，拿到手的就是他们自己制作的低劣货色了。

举个例子，我们订购了 50 只抽气空心塞，结果，在一个月，折断的就是十几个，连带损失掉了一批四颈烧瓶和几天的工作成果。而且，明明在晚上开始实验的时候，一切正常。第二天早上，却看到四颈瓶居然被震断了，一切重头再来。现在，凡是没牌子的玻璃，我都不敢用了。其实，玻璃质量，完全可以用超声波来测试，通不过测试的，一律拒绝。奉劝各位老板，别光图省钱，做实验的人是容不得假的，人工浪费还是小事，很多好不容易得到的结果，随时可能错肩而过。

每天离开实验室应该注意：

1. 该放回冰箱的东西是否放回了，冰箱门是否关严了。
2. 公用的东西是否还原了。
3. 要清洗的仪器，瓶子是否泡上了。
4. 仪器的电源是否关掉了。

5. 试验台面是否清理了。
6. 试验记录是否及时写了。
7. 明天要做什么心里是否有个谱!
8. 门窗是否关好了。

在进行分馏操作时有的朋友经常容易犯错误,下面总结了几点经验:

1. 在仪器装配时应使分馏柱尽可能与桌面垂直,以保证上面冷凝下来的液体与下面上升的气体进行充分的热交换和质交换,提高分离效果。
2. 根据分馏液体的沸点范围,选用合适的热浴加热,不要在石棉网上用直接火加热。用小火加热热浴,以便使浴温缓慢而均匀地上升。
3. 液体开始沸腾,蒸气进入分馏柱中时,要注意调节浴温,使蒸气环缓慢而均匀地沿分馏柱壁上升。若室温低或液体沸点较高,应将分馏柱用石棉绳或玻璃布包裹起来,以减少柱内热量的损失。
4. 当蒸气上升到分馏柱顶部,开始有液体馏出时,应密切注意调节浴温,控制馏出液的速度为每2~3秒一滴。如果分馏速度太快,产品纯度下降;若速度太慢,会造成上升的蒸气时断时续,馏出温度波动。
5. 根据实验规定的要求,分段集取馏份,实验结束时,称量各段馏份。

1 用电加热套的战友小心,反应瓶一定要密封好,尤其是有易挥发的溶剂时,我同学用乙醚做格氏反应,用加热套加热,结果从搅拌轴封挥发出乙醚,加热套有漏的地方,浓度过大,只听"轰"的一声,整个楼在晃,加热套的铁皮立马流直,通风橱玻璃全碎,四个日光灯震掉3个,幸运的是没伤着人!

2 用电子天平时尽量用笔记下刚称过的数值,不要因为上面有显示就先放那一会在看,结果经常会发生被别人用了,那个数值就没了,那这个实验可能就废了!

3 我们经常用金属钠干燥溶剂,可干燥后往往剩些瓶底,时间长了就忘了,我有一次就是因为勤快,刷一个同事用的瓶子,里面基本没有东西,在水龙头下就灌水,结果竟然着了起来,原来是有少量的金属钠!可我的另一个同事却不那么幸运了,在收拾卫生时也是刷瓶子,因为瓶子里的金属钠较多,爆了,额头崩了个口子。所以我奉劝战友们在刷长时间未用的瓶子时,或不知是什么东西时,一定小心为上!

1. 抽滤或者旋转蒸发完一定要先拔下管子活着打开安全阀放气再关真空泵,防止倒吸。我刚开始时是实习的时候老是忘。

2. 分液时一定要清楚哪层是要的,不要倒掉后才后悔莫及。不过我不要的那一层一般是倒在专用的烧杯里,说不定时间长了烧杯你能析出让你惊喜的东西呢:)

3. 过柱子若要加压,要用棉线把加压球和柱子捆紧,最好不要图省事用皮筋,压力大了断掉就惨了:)

4. 烘玻璃仪器时要记得把一起洗的温度计拿出来,如果忘了也不要紧,让温度计慢慢降温也能再用,只是可能不准了。

1. 用电热套直接敞口加热含易燃易爆挥发性液体,这主要是实验室安全意识不够,或者对所用药品的理化性质不了解

2. 需要回流冷凝时忘开冷凝水,下班忘记关水拔插座,这些都曾经发生过事故的。这些对于新手尤其常见,所以只要仔细就好,反应前下班前要做好安全检查工作

3. 使用烘箱时,烘含大量低沸点溶剂的料,这样容易使烘箱爆炸,我们合成所曾发生过两次。

4. 投料要注意,投料前要核对是否是所投药品,我们实验室的一位老师傅在做一次氰化反应时投错了料,险些引起纠纷

1, 冰箱里的瓶子一定要规范放置,贴好标签(用记号笔是靠不住的,哪怕是几天也有可能掉色),否则,过不了多久谁都记不住,就要清理,如果误倒了重要的产物,很麻烦。玻璃仪器掉了滑落,无论多重要都不要用手去接,本人就有一次去接冰箱里掉出来的瓶子,虽然接

到了，但瓶子被撞破，我被划了一道大口子，缝了好几针。有的时候人有去接掉了东西的本能，我感觉就是这样，看到滚下来一个东西，自然就要去接，但是我们应该心里警觉，先在这里打个预防针，下次遇到这样的情况：“不要去接”。

2. 称试剂，看来很简单，但是也是我们做实验的基本功，重在细心和耐心，下面谈谈本人的一点点感受。最开始，我拿起硫酸纸就开始称，也不管天平稳定没有，周围的情况怎么样，结果称量不准，只能返工，如果遇上超级贵的样品，且已经混进其他称量样品里，那损失就更大了。在万分之一的天平上称量比如 1.5 毫克的样品时，首先你要做好准备工作，把硫酸纸剪好，最好剪成长方形的小纸槽（2 厘米*5 厘米大小），因为称量纸太大不容易将所有试剂转入反应瓶中。然后你要确信万分之一的天平此时很稳定，此时最好把旁边的窗户关闭，然后请天平所在台面的同学离开台面，你自己也不要碰台面，称量前用你剪的称量纸测试一下天平的稳定性，记下纸的重量，然后拿掉纸，天平如果回零，那证明可以开始称了，……称好你要的 1.5 毫克后，拿起称量纸，此时，天平应该显示你的纸的重量（是负数，因为开始称量时你已经去皮了），如果此时天平正确显示纸的重量，那这 1.5 毫克基本称准了，此时你不要消去天平上的数字，等最后你把试剂小心且完全的装入瓶中，再次把纸放上天平，如果此时天平又回零了，证明这次称量已经圆满结束了

对于易聚合药品的注意事项：

偶师兄经常用减压蒸馏的方法纯化丙烯酸（主要目的是除去丙烯酸中的阻聚剂）可由于经常做的缘故，就不太注意以为没有危险。可有一次为了省事就多做了一些（超过了瓶子的三分之二）结果当偶师兄发现情况有些不对时，就凑到瓶子旁看了看，点子是真背啊，瓶子中的丙烯酸因为聚合并放出大量的热发生炸裂，崩到师兄的眼睛里，师兄马上用大量的水冲洗并被及时送到医院，所幸没造成什么影响。可是仍给我们这些后辈们吓坏了。

我得到的教训是：

1. 一定要按照规则做实验，不能图省事。
2. 对于有危险的操作一定要作到心中有数并保护好自己。
3. 发生了事故要做必要及时的处理后尽快上医院治疗，尽量把伤害降到最小。事后要认真分析原因，避免在次发生类似的错误。

一次，我和搭档做实验，到了处理数据的时候了，我们一起处理，结果是他看了不好删，我看了也不好也删。两个人到了最后才发现我们的数据没有备份，在一看我们要的重要的东西被我们你一点我一点的删掉了。把我们都郁闷了好久。

结论：做了的实验数据一定要有备份的，再者，实验的配合问题也很重要。

合成的酰氯化反应

几个星期前，实验室做无水的酰氯化反应，先用苯将反应瓶中的少量水带走，因投料少，估计用了一瓶苯，想想可能水已经带光了，就将酰氯投下去，开始没什么异常，一开搅拌，马上发烟，接着就冲料了。嗨，还是因为里面有水。后来再做这步反应，一定要保证分水器中苯澄清，5 分钟内不再有水滴分出，再加酰氯，就没发生类似现象。

柱层析上样的惨痛经历：

我们一般都是干法上样，所以样品应该溶在溶剂中，再拌到硅胶里。但有一次，由于样品比较粘稠，不太好溶，师弟性急，就把粘粘糊糊的样品拌到了硅胶里，溶剂挥发后，一研磨，也看不出与平常有什么不同。但上样后可就惨了，流速变的 slower and slower，最后不滴了。到头来只好挖出样品，重新来过，整整花了一天的时间来返工。

经验就是做实验别偷懒，偷一分懒，会有十分的麻烦在等你。

大孔树脂在 0 度以下会因结冰而涨裂，而且外观看不出来，只是吸附效果变差，冬天一定不要邮寄。

偶想讲的是要注意实验中数据的及时分析及处理：

每次做完实验，都要及时的分析实验数据，以便总结上次实验的经验与体会，为下一次实验

方法的进一步完善提供理论依据。切勿等全部实验做完再来分析,此时才发现这样或那样的不足,造成人力与财力、时间的浪费,这是最为令人不悦的事情。盲目地做实验是不足取的。

偶也提一个,以前做一个在-90度使用丁基锂的反应,第一次作砸了,很是郁闷,又买了500g原料,连夜投了进去,第二天HPLC一看,根本没有产品,原来原料含有10%的水分,按分子量算,相当于原料含等当量的水,无水无氧的丁基锂反应不砸锅才怪。为此郁闷了一年。所以大家最好不要相信国内的原料,即使是ALDERICH的东东也要检查一下。

用电磁搅拌器作热源加热回流反应的时候,一定要注意别让冷凝管上连接的胶皮管接触到搅拌器台面,否则会烫坏导致冷凝水流出来。

有一次我用管式炉还原,中午走时犯懒没关氢气,结果下午一个本科生看也不看就直接开炉子拿我的东西,爆炸~~教训:还原结束了马上换氮气,还有开管式炉前一定看一下,那家伙害死我了。

做实验时要穿戴好防护眼镜、手套,做完实验后或晚上离开前一定要记得关闭电源。不要怕麻烦,不然最后麻烦的就是自己了。

有一次自己忘了戴胶手套,结果转移试剂时不小心流到胳膊上,胳膊马上就发红、出水疱了,急忙跑到医务所用生理盐水处理,又打针什么的,好多天才好。

还有一次用硅油蒸馏,做完之后关了电炉锁了实验室门准备走人。几分钟后,就听有人说着火,我急忙跑过去一看,天哪,整个实验室乌烟瘴气,硅油流到电炉上着起火了,赶快拿起灭火器灭火。幸好发现的早,不然肯定又是一起大事故。

一次,去原料库取料,开启桶盖时,有人打招呼,就正对着桶,结果,原料蒸气喷泻出来,一脸,还好带的有防具,但挺恐怖的,建议开启原料桶时,斜侧身体,慢慢旋转,等听到有蒸气泻出,停顿一会,待蒸气排除,再完全打开桶盖!

- 1、连接带孔的橡皮塞与玻璃管时未将玻璃管用水润湿。
- 2、制取气体时未先检查容器的气密性。
- 3、加热时容器外壁未擦干。
- 4、用容器称量固体前容器内有水。
- 5、用滴管滴液体时把滴管伸入容器口。

我看到一个同学将一个装水的大烧杯放在电炉上加热,在烧杯中放一个小烧杯挥发乙醚,本来是没有多大问题的,但因为旁边有一台电风扇在对着吹风,可能是将挥发的书本气体吹到了电热丝上,一下子就燃起来了,那个火苗有一米多高,好在用一块湿抹布盖上去火就熄了。后来听一个老师说,夏天乙醚容易挥发,如果在一个密闭的小房间,遇到火星很容易发生爆炸。

乙腈除水时不要用金属钠,也会成为一锅粥的!

我有师兄在实验室用鼓风干燥箱烤馒头,半年,胃癌走了。所以不要在实验室吃东西,小心。

有机胺类物质不能用塑料瓶装,否则会“化”掉的。短时间还可以

- 1.做酰氯化反应,滴加氯化亚砷时不能太快,否则放出的气体量太大,把反应原料一下全冲出去了,几个月的心血就全完了。着急也不行啊!
- 2.用NaH做反应时,用过的试剂瓶赶紧盖好,拧紧。否则夏天空气潮湿容易着火。
- 3.用活性炭脱色的时候,一定要在低温下加入。如果温度升高了,忘加或者想补加,一定要降温后再补加。否则就会全部冲出来,一切全完了。这和加入沸石是一样的。

生物秀—专心做生物!

www.bb100.com