

F211 实验室安全手册

编写：北京大学深圳研究生院叶涛课题组



目 录

一、 标准作业流程	1
(一) 酸缸.....	1
(二) 碱缸.....	5
(三) 有机锂试剂的处理和淬灭.....	9
(四) 格式试剂	11
(五) 金属钠.....	12
(六) 氢氟酸.....	14
(七) 旋蒸仪.....	16
(八) 无氧回流设置	18
(九) 真空泵.....	24
(十) 冷冻除氧法.....	26
(十一) 柱层分析法.....	27
(十二) 薄层分析法.....	30
(十三) 重结晶.....	34
(十四) 常见反应后处理流程.....	36
二、 安全卫生守则	39
(一)总则	39
(二)实验操作安全准则.....	39
(三)溶剂、试剂安全.....	40
1.回流溶剂系统：	40

2.管制品溶剂.....	41
3.卫生方面（公共区域和个人区域）.....	43
4.个人区域以及改善建议.....	46
5.实验室安全卫生管理制度——安全卫生无小事！.....	47
6.废液的处理.....	48
7.常见的危险化学试剂以及处理流程.....	48
8.公共旋蒸的使用.....	60
9.休息室的安全卫生.....	60
10.其他.....	61
三、 常规操作.....	62
1.实验数据的记录：.....	62
2.公共设备的使用注意事项：.....	65
3.电子数据的存放管理.....	69
4.每晚最后离开实验室的关门情况.....	71
5.工作的交接问题.....	72
6.常见事故的处理办法.....	73

一、标准作业流程

(一) 酸缸

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. SOP 类型: ☐ 流程 ☒ 有害化学物质

2. 潜在危险/毒性

酸缸具有腐蚀性。如果通过皮肤吸入、摄入或吸收，它们可能是有害的。吸入可能会刺激呼吸道，引起咽喉灼痛、咳嗽、气喘、气短和肺水肿，对粘膜组织和上呼吸道有破坏作用。吸入溶剂蒸汽可能在肝脏或肾脏中引起慢性毒性作用。与皮肤接触会引起灼伤和刺激。长时间或反复接触皮肤可能导致皮肤脱脂或皮炎。接触眼睛会引起灼伤、刺激，还可能导致失明。误食会对消化道造成永久性损伤。当火源存在时，可能会发生闪火。



3. 个人防护装备

3.1. 呼吸道防护

如果在通风橱外使用酸缸，需要戴口罩防护。

3.2. 手部防护

必须戴手套。使用正确的脱手套技术以避免任何皮肤接触，建议在丁基橡胶手套下再戴一层丁腈手套。

3.3.眼部防护

必须佩戴护目镜，当有可能溅起水花时，面罩也是必要的。

4. 皮肤和身体保护

实验工作人员必须穿着尺寸合适的实验外套，并且外套袖子必须足够长，以防止戴手套时皮肤暴露。工作人员还应穿长裤以及满口鞋。所有占用实验室区域的人员必须在任何时候都穿长裤以及满口鞋。鞋子和脚踝之间的皮肤区域不应该暴露。

4.1.卫生措施

处理后立即彻底清洗。在脱衣服之前，立即用大量的水清洗被污染的衣服和皮肤。

5. 急救步骤

5.1.如果误吸

立即转移至新鲜空气区域并且咨询医生。如果病人没有呼吸，进行人工呼吸并立即就医。

5.2.皮肤接触

立即用大量的水冲洗皮肤至少 15 分钟，同时脱掉被污染的衣服和鞋子，并咨询医生。在重复使用之前彻底清洗任何污染的衣服鞋子再使用。如果出现皮肤刺激或皮炎，立即就医。

5.3.眼部接触

立即用大量的水彻底清洗，至少 15 分钟，然后立即就医。

5.4.如果误吞

除非医务人员指示，否则不要催吐，用清水漱口。立即就医。

6. 特殊处理和储存要求

酸缸容器应该适当地贴标签。标签上应注明容器内化学品的名称。避免使用化学缩写（如果实验室里有图例可以接受）。

化学玻璃器皿有过多污垢时，应先用适当的溶剂(如水和少量丙酮)冲洗。将漂洗液收集在一个单独的容器中，贴上所有成分的标签，作为废物提交给环境卫生与健康部门。

不要把破碎的玻璃器皿放在酸缸中，因为这可能会使玻璃完全破碎，产生玻璃碎片。放入浴缸前检查所有物品。

在化学通风柜内使用。当心不要使酸缸过满溢水，同时酸缸应该被放置在一个能够容纳整个酸缸容量的二次容器中，避免酸缸破损。保持容器直立，密封在干燥通风处。

酸缸溶液必须储存在适当的容器中，如重型高密度聚乙烯耐碱性容器。不要将酸浴溶液储存在金属容器中。不要将酸浴溶液储存在橡胶容器或其他非化学批准的储存容器中。避免接触皮肤和眼睛。避免吸入蒸汽或薄雾。

远离不相容的材料，如碱类。远离火源。搬运时避免热、震动或摩擦。容器在不使用时应保持关闭状态。

7. 溢出事故发生

7.1. 溢出-评估危险的程度。帮助受污染或受伤的人。疏散泄漏区域。避免吸入蒸汽。如果可能，使用泄漏工具或吸收材料将泄漏物限制在一个小范围内。禁止他人进入污染区域(如使用警示胶带、障碍物等)。

7.2. 小(<1 L) -如果你受过训练，你可以协助清理工作。使用适当的个人防护设备和化学泄漏的清理材料。将溢出的废物收集在干净的塑料袋，贴上标签并转移至下一个化学废物收集处。

7.3. 大(>1 L) -拨打 119 求助。

7.4. 化学品溢出至身体或衣服-脱掉衣服，并在紧急淋浴彻底冲洗身体至少 15 分钟。寻求医

疗关注。立即通知课题组负责人。

7.5.化学品溅入眼睛-立即用紧急洗眼站的水冲洗眼球和眼睑内表面 15 分钟,用力保持眼睛睁开。立即就医。并通知课题组负责人。

8. 急救电话 120

危及生命的紧急情况,下班后,周末和假期-拨打 120 处理紧急工伤事故,并要求被送往最近的医院。

8.1.非危及生命的紧急情况-紧急联系课题组负责人。

8.2.针棒/玻璃划破(适用于化学处理程序)-用消毒肥皂和温水清洗受影响的区域 15 分钟。对于粘膜划破,用洗眼器冲洗受影响的区域 15 分钟。

9. 配制方法

1. 在一个适当的容器(如上所述)中,加入 8 升水
2. 容器放置在适当的二次容器中
3. 然后将 1L 浓盐酸缓慢加入容器中
4. 搅拌混合物以达到均匀

(二) 碱缸

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. SOP 类型: ☐ 流程 ☒ 有害化学物质

2. 潜在危险/毒性

碱浴具腐蚀性。如果通过皮肤吸入、摄入或吸收，是有害的。吸入可能会刺激呼吸道，引起咽喉灼痛、咳嗽、气喘、气短和肺水肿。对粘膜组织和上呼吸道有破坏作用。吸入溶剂蒸汽可能在肝脏或肾脏中引起慢性毒性作用。与皮肤接触会引起灼伤和刺激。长时间或反复接触皮肤可能导致皮肤脱脂或皮炎。眼部接触会引起灼伤、刺激，并可能引起红肿。



3. 个人防护装备

3.1. 呼吸道防护

如果在通风橱外使用酸缸，需要戴口罩防护。

3.2. 手部防护

必须戴手套。使用正确的脱手套技术以避免任何皮肤接触，建议在丁基橡胶手套下再戴一层丁腈手套。

3.3. 眼部防护

必须佩戴护目镜，当有可能溅起水花时，面罩也是必要的。

3.4. 皮肤和身体保护

实验工作人员必须穿着尺寸合适的实验外套，并且外套袖子必须足够长，以防止戴手套时皮肤暴露。工作人员还应穿长裤以及满口鞋。所有占用实验室区域的人员必须在任何时候都穿长裤以及满口鞋。鞋子和脚踝之间的皮肤区域不应该暴露。

4. 卫生措施

处理后立即彻底清洗。在脱衣服之前，立即用大量的水清洗被污染的衣服和皮肤。

5. 急救步骤

5.1. 如果误吸

立即转移至新鲜空气区域并且咨询医生。如果病人没有呼吸，进行人工呼吸并立即就医。

5.2. 皮肤接触:

立即用大量的水冲洗皮肤至少 15 分钟，同时脱掉被污染的衣服和鞋子，并咨询医生。在重复使用之前彻底清洗任何污染的衣服鞋子再使用。如果出现皮肤刺激或皮炎，立即就医。

5.3. 眼部接触：

立即用大量的水彻底清洗，至少 15 分钟，然后立即就医。

5.4. 如果误吞：

除非医务人员指示，否则不要催吐，用清水漱口。立即就医。

6. 特殊处理和储存要求

不要配制过量的碱液，只配制能在实验室安全储存的产品量。

碱缸容器应该适当地贴上标签。标签上应注明容器内化学品的名称。避免使用化学缩写(如果实验室里有图例可以接受)和公式。

化学玻璃器皿有过多污垢时，应先用适当的溶剂(如水和少量丙酮)冲洗。将漂洗液收集在一个单独的容器中，贴上所有成分的标签，作为废物提交给环境卫生与健康部门。

不要把破碎的玻璃器皿放在酸缸中，因为这可能会使玻璃完全破碎，产生玻璃碎片。放入浴缸前检查所有物品。

不要把玻璃器皿放在碱缸里超过一个晚上，过长时间浸泡在碱液中会导致玻璃降解变薄。

请在化学通风橱使用，当心不要使碱液过满溢出，同时碱缸应该被放置在一个能够容纳整个酸缸容量的二次容器中，避免碱缸破损。

保持容器直立，密封在干燥通风处。

碱液必须储存在适当的容器中，如重型高密度聚乙烯耐碱性容器。不要将碱浴溶液储存在金属容器中。不要将碱浴液储存在橡胶容器或其他非化学批准的储存容器中。

避免接触皮肤和眼睛。避免吸入蒸汽或薄雾。

远离不相容的材料，如酸和氧化剂。远离火源。搬运时避免热、震动或摩擦。

容器在不使用时应保持关闭状态。

7. 溢出事故发生

7.1. 溢出-评估危险的程度。帮助受污染或受伤的人。疏散泄漏区域。避免吸入蒸汽。如

果可能，使用泄漏工具或吸收材料将泄漏物限制在一个小范围内。禁止他人进入污染区域(如使用警示胶带、障碍物等)。

7.2. 小(<1 L) -如果你受过训练，你可以协助清理工作。使用适当的个人防护设备和化学品泄漏的清理材料。将溢出的废物收集在干净的塑料袋，贴上标签并转移至下一个化学废物收集处。

7.3. 大(>1 L) -拨打 119 求助。

7.4. 化学品溢出至身体或衣服-脱掉衣服，并在紧急淋浴彻底冲洗身体至少 15 分钟。寻

求医疗关注。立即通知课题组负责人。

- 7.5. 化学品溅入眼睛-立即用紧急洗眼站的水冲洗眼球和眼睑内表面 15 分钟，用力保持眼睛睁开。立即就医。并通知课题组负责人。

8. 急救电话 120

危及生命的紧急情况，下班后，周末和假期-拨打 120 处理紧急工伤事故，并要求被送往最近的医院。

- 8.1. 非危及生命的紧急情况-紧急联系课题组负责人。
- 8.2. 针棒/玻璃划破(适用于化学处理程序)-用消毒肥皂和温水清洗受影响的区域 15 分钟。对于粘膜划破，用洗眼器冲洗受影响的区域 15 分钟。

9. 去污/废物处理程序

碱液不能被排入下水道。不要将碱液与酸性废水混合。当碱液失去其清洁效果后，将溶液转移到重型容器(如 Nalgene 瓶/carboy)。并贴上正确的标签;标签应标明容器的所有内容，包括清洗过程中可能产生的任何有机污染物。

10. 配制方法

1. 在适当的容器中(如上所述)，200g KOH 溶于 6L 的水中
2. 容器放置在适当的二次容器中
3. 然后加入 6 L 异丙醇到容器中
4. 根据容器的大小，溶液的体积会有变化

(三) 有机锂试剂的处理和淬灭

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒ 流程 ☒ 有害化学物质

2. 目的

说明如何处理，转移和淬灭有机锂试剂，如正丁基锂(n-BuLi)和 t-丁基锂(t-BuLi)。

3. 潜在危险/毒性

有机锂试剂在皮肤接触、眼睛接触和摄入的情况下是非常危险的，与有机锂试剂接触可导致严重烧伤，摄入会导致严重的呼吸道刺激和永久性组织损伤。

4. 个人防护装备

4.1. 呼吸道防护

必须戴口罩防护。

4.2. 手部防护

必须戴手套。

4.3. 眼部防护

必须佩戴护目镜，当有可能飞溅时，面罩也是必要的。

4.4. 皮肤和身体保护

实验工作人员必须穿着尺寸合适的实验外套，并且外套袖子必须足够长，以防止戴手套时

皮肤暴露。工作人员还应穿长裤以及满口鞋。所有占用实验室区域的人员必须在任何时候都穿长裤以及满口鞋。鞋子和脚踝之间的皮肤区域不应该暴露。

5. 特殊处理和储存要求

有机锂试剂必须储存在惰性气体中,放置在冰箱中,所有使用有机锂试剂的实验都必须在水无氧低温中进行,取用有机锂试剂前,任何容器都必须循环(气体置换真空到氩气)三次,使用注射器取用有机锂试剂的时候,用氩气球+针管保持瓶内外压力均衡,以免瓶内负压倒吸有隐患。注意:转移有机锂试剂时,使用的注射器不要超过 20 毫升。如果反应需要超过 20ml 的有机锂试剂,则将转移物分成小于 20ml 的批次,多次操作。

6. 溢出及意外事故

有机锂试剂的反应活性很高,经常会引起火灾。在使用时候得特别注意,尤其是用于大量反应的时候,手边必须准备好石棉布灭火器等灭火工具。

7. 反应后淬灭

反应完成后,将反应温度调至 0°C 加冰水淬灭,具体可以参考文献操作。

(四) 格式试剂

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒流程 ☒有害化学物质

2. 使用指南：

- (1) 格式试剂活性比有机锂试剂低，可用饱和 NH_4Cl 溶液猝灭反应。
- (2) 无水环境是安全使用格式试剂的必要条件。
- (3) 制备格氏试剂，最好在使用干燥的镁和刚烘干的玻璃器皿，对于大多数卤素取代基，回流 1 小时就足以制备格式试剂，对于低反应性试剂，可在反应前使用加入 I_2 或 1,2-二溴乙烷，然后回流 1 小时；如果卤素取代物足够活泼，在室温下搅拌就会产生产物。

(五) 金属钠

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☐ 流程 ☒ H 有害化学物质

2. 物理化学性质

钠: CAS 7440-23-5 分子式: Na

钠常用于溶剂蒸馏中的溶剂干燥，钠在化学反应中用作还原剂。钠的化学性质很活泼，常温和加热时分别与氧气化合，和水剧烈反应，量大时发生爆炸。钠还能在二氧化碳中燃烧，和低元醇反应产生氢气，和电离能力很弱的液氨也能反应。

3. 储存方法

浸放于液体石蜡、矿物油和苯系物中密封保存，大量通常储存在铁桶中充氩气密封保存。贮于阴凉干燥处，远离火种、热源。与氧化剂、酸类、卤素分储分运。灭火：沙子、石墨粉、碳酸钠干粉、碳酸钙干粉。禁用水、卤代烃灭火。

4. 取用步骤

(1) 准备一桶沙子或 D 类灭火器。不可以使用 CO₂, CCl₄ 灭火器灭火，来实验人员戴手套，戴护目镜，穿实验服。

(2) 从容器中取出金属钠，让多余的油倒回容器里。

(3) 在金属上还残留有少量油的情况下，将钠大约切到合适的大小。你会注意到，金属被

切割后不久，它就会从明亮的金属色变成暗淡的白色。这是正常的。

(4) 把不需要的钠放回油里。

(5) 称出的钠应该用纸巾擦干，以去除多余的油脂。可以在毛巾上用 Hex 清洗。

(6) 在反应中加入金属钠。

(7) 最后，所有的东西都要用正丁醇或异丙醇处理。

(六) 氢氟酸

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☐ 流程 ☒ H 有害化学物质

2. 潜在危险/毒性

任何形式稀释的，浓缩的和蒸汽的氢氟酸都能导致严重的灼烧，吸入无水氢氟酸或氢氟酸，酸雾会引起严重的可以致命的呼吸道炎症。氢氟酸能够轻易穿过皮肤及深层组织，并且由腐蚀性的氟离子，制造成软组织坏死和骨质脱钙，整个过程是非常疼痛的，氟离子还可以攻击酶和细胞膜，不像其他酸能够立即被中和，氢氟酸的破坏过程及其综合过程能够持续数天。

3. 个人防护装备

使用氢氟酸时一定要在通风橱内进行，保持良好的通风，氢氟酸的浓度不能超过 3PPM。可以使用面罩和氯丁橡胶或聚氯乙烯手套保护身体，可以防止眼睛、皮肤、呼吸道或消化道接触到氢氟酸蒸汽。

4. 卫生措施

保护装备在每次使用后都要用水冲洗掉上面的氢氟酸，工作地点附近要有急救喷头淋浴和洗眼器。

5. 急救措施

5.1. 误吸

任何吸入 HF 蒸汽的人，要立即离开有毒区域，保持体温，采取医疗急救，同时要尽快喝入大量的水，不要人为呕吐，如果没有立即采取医疗措施的话，在酸被水稀释后，要给病人喝牛奶，以减轻灼烧感。

5.2. 皮肤接触

要立即用大量冷水冲洗接触部位，污染的衣物在冲洗的同时应立即脱去，然后立即采取医疗措施，即使症状可能并不严重，去医院的路上，接触部位要浸泡在冰水中，如果没有冰水，也要用冰冷敷，并且要告诉医生是氢氟酸烧伤，和其他酸的烧伤处理办法完全不同，即使接触的面积非常的小，也不能只靠冲洗来防止烧伤，可以使用戊烯二酸钙凝胶来吸收没有冲走的氟离子。

5.3. 眼睛接触

如果氢氟酸液体或蒸汽进入眼睛，要将眼睑掰开，用大量清水冲洗至少 15 分钟，然后立即进行医疗急救。

6. 溢出事故

一旦发现 HF 泄漏要立即处理，将吸入、身体接触、设备腐蚀的危险减少到最低程度，泄漏物要收集起来并用水稀释，稀释液在处理前要用石灰中和。

7. 废物处理

废弃的 HF 要在搅拌下慢慢加入熟石灰生成氟化钙，这是因为氟化钙化学性质不活泼，无毒（而氟化钠则是易溶的有毒物质）。另一种方法是将氢氟酸用冷水在聚乙烯容器内稀释到 2%，再用氢氧化钠中和，再加入过量的氯化钙生成氟化钙。

(七) 旋蒸仪

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. SOP 类型: ☒ 流程 ☐ 有害化学物质

2. 使用规则

(1) 确保水浴锅水位处于合适的水平。保持水浴锅内水的清洁，若污染，需及时清洗更换。

(2) 打开冷却循环系统。

(3) 打开水浴锅加热，调到你想要的温度。

(4) 放置大小合适的防溅球。

(5) 将烧瓶连接到防溅球上，并将适当大小的夹子放置到连接处。

(6) 打开旋转到所需的转速。

(7) 将烧瓶放入水浴中，使烧瓶中的溶剂水平在水浴中或低于水浴中。

(8) 打开真空泵。

(9) 慢慢降低压力到期望的压力，以防止爆沸。

(10) 当所需溶剂量蒸发后，将烧瓶抬高到水面以上。

(11) 慢慢升高气压至大气压。如果你的产品对空气比较敏感，那么在冷凝器上的阀门上连接一个氮气球，打开阀门。

- (12) 关闭旋转。
- (13) 关掉加热。
- (14) 关闭真空泵
- (15) 取下烧瓶。
- (16) 取下废弃溶剂收集器，将废弃溶剂放入适当的废物容器中。
- (17) 根据需要，用丙酮和其他适当溶剂清洗废弃溶剂收集器。放回废弃溶剂收集器。
- (18) 根据需要，用丙酮和其他适当的溶剂清洗飞溅球。请务必用己烷清洗接头，以除去硅脂。

(八) 无氧回流设置

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

方法 A:

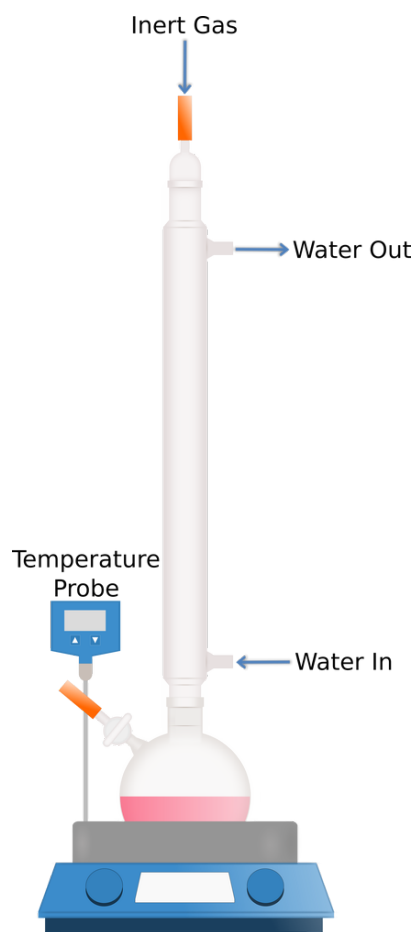
步骤 1：将回流冷凝管循环到双排管道上，将一个气体入口适配器（转接头）连接到冷凝器的顶部，用塞子小圆底烧瓶连接至冷凝管底部，真空脂润滑连接关节，确保密封性，打开真空泵。



步骤 2：一旦回流冷凝管被双排管道循环抽真空，用惰性气体回填，并在惰性气体流动下连接到二颈圆底烧瓶上。二颈圆底烧瓶另一个入口连接惰性气体，反复气体交换 3 次。



步骤 3：关闭圆底烧瓶上的旋塞，关闭冷凝管上端开关，将烧瓶放入加热罩或油浴中，将水管连接到回流冷凝器，开始加热。



方法 B:

如果回流预计会释放可能污染双排管道的副产品，那么建议使用外部起泡器。

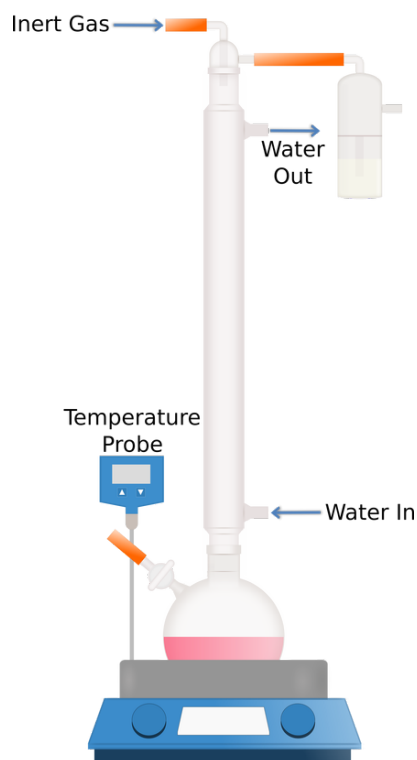
步骤 1： 组装一个回流冷凝管和转接头，润滑磨砂关节，确保密封性。将外部起泡器连接到气体出口，然后将气体入口连接到 Schlenk 管线管道上。打开惰性气体，清洗玻璃器皿 30-60 秒。



步骤 2：在惰性气体流动的情况下，将回流冷凝管连接到 Schlenk 烧瓶上。起泡器将在此时开始冒泡—调整气体流量，使其每隔几秒钟冒泡一次。



步骤 3:关闭 Schlenk 烧瓶上的旋塞，将烧瓶放入加热罩或油浴中。将水管连接到回流冷凝器，开始加热。当系统接近所需要的温度时，可能需要调整惰性气体的流量。



步骤 4:在加热所需时间后，将反应混合物冷却到室温。增加惰性气体流量，以防止油倒吸。冷却到室温后，打开 Schlenk 烧瓶上的旋塞，在惰性气体的流动下用涂有真空脂塞更换回流冷凝器。

方法 C：

需要长时间加热且不释放气态副产品的反应可以直接在杨氏安瓿中加热，而不需要回流冷凝器。由于这种方法在密封容器压力会增加，因此反应容器的选择至关重要。建议加热温度不要超过溶剂的沸点，除非有专门的重壁压力容器与防爆罩配合使用。如果没有侧臂，可以在手套箱里加入反应物，然后取出加热。



(九) 真空泵

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☐ 流程 ☒ 有害化学物质

2. 潜在危险/毒性

与热油或真空泵接触而灼伤。

3. 使用指南

(1) 在启动前，确保真空泵的机油位处于合适高度。

(2) 将真空泵连接到电源插座。

(3) 把开关打开。

无人使用时:真空泵是为无人照管操作而设计的。但是，如果泵入大量气体或蒸汽，建议定期对泵进行检查，间隔不超过 14 天或更频繁。

换机油：

(1) 如果真空泵是冷的，打开 10 分钟加热机油。如果泵是热的，简单地关掉。

(2) 将真空泵提升到一个升高的表面。

(3) 取出其中一个加油塞子

(4) 在真空泵下放置合适的块体，使泵倾斜。

(5) 将合适的容器放在排水塞下面。

(6) 拆卸泄油塞，让油流入容器。

(7) 如果机油被污染了，那么把干净的油倒进加油孔，让它从泵中流出。根据需要重复此步骤。

(8) 关闭放油塞。

(9) 拿掉块体。

(10) 将油倒入加油孔，直到油位达到最大油位。

(11) 等几分钟，让油完全流到泵里。

(12) 关闭加油塞子。

应每 3 个月或在检测到性能下降时更换一次机油。为获得最佳真空效果。

(十) 冷冻除氧法

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒ 流程 ☐ 有害化学物质

2. 操作指南

- (1) 将溶剂放入 Schlenk 烧瓶中。把旋塞阀关上。溶剂不要超过烧瓶容积的 50%，以免玻璃器皿破碎。
 - (2) 将烧瓶与双排管连接，根据溶剂的熔点，将液体冷冻在液氮或干冰/丙酮浴中。
 - (3) 当溶剂被冻结时，打开真空阀门（确保双排上的旋塞阀也对真空开着），将烧瓶内的空气抽干 5-30 分钟，这取决于溶剂的干燥程度。
 - (4) 关闭旋塞使烧瓶真空密封。
 - (5) 用温水或温水浴融化溶剂。
 - (6) 将水浴更换为液氮或干冰冷却浴，重新冷冻溶剂。
 - (7) 重复步骤 3-7，直到溶液解冻时没有气泡出现。用氮气填充气体，并关闭旋塞。
- 溶剂现在可以使用或储存了。

(十一) 柱层分析法

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒ 流程 ☐ 有害化学物质

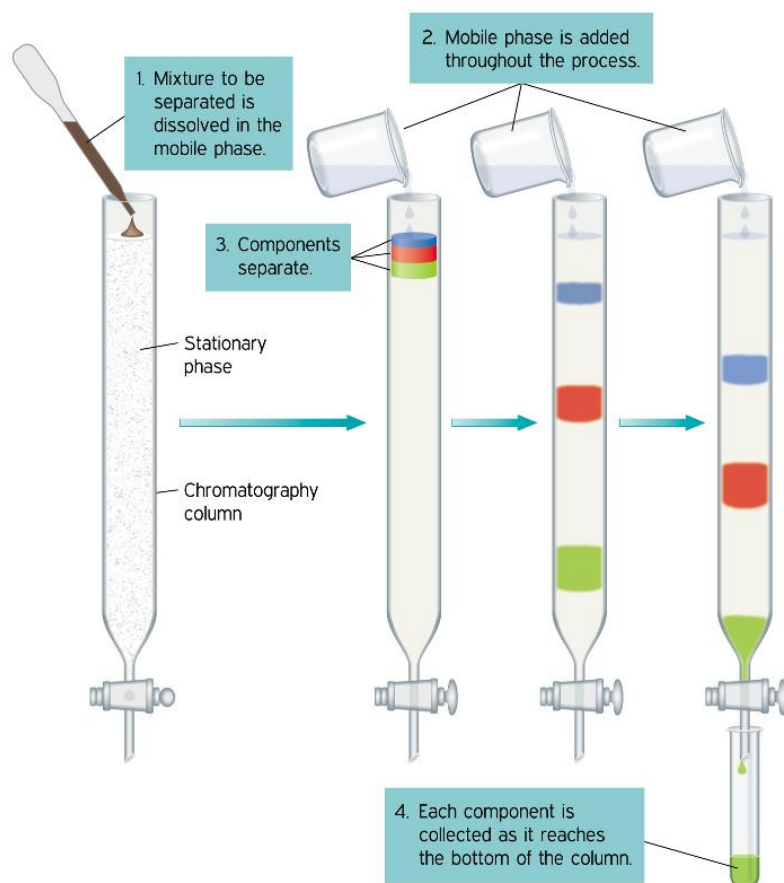
2. 操作指南：

干法：在干法中，首先用干燥的硅胶粉填充柱子，压实。然后用流动相，一个合适的溶剂冲洗通过柱子流出，直到所有的二氧化硅是湿的并且沉淀紧实。从装柱子到最后，始终要用溶剂保持柱的湿润。

湿法 湿法先制备二氧化硅和溶剂混合的浆液，然后用漏斗浇到柱上。必须使用更多的溶剂，直到二氧化硅沉淀压实。

柱层析法由以下几步组成：

- (1) 流动相或洗脱剂是纯溶剂或溶剂混合物，流动相的上层与固定相持平，这意味着固相应被溶剂湿润。在这个阶段，混合物需要被分离，混合物从柱子的顶部添加，使其上层不受干扰，通过打开下面的开关，混合物被吸附在二氧化硅表面。



- (2) 然后加入溶剂或合适的溶剂混合物，先慢慢地、小心地接触玻璃柱的侧面，使固相的顶部不受干扰。在整个过程中，按需要多次重复添加溶剂。
- (3) 当开关打开时，复合混合物中的化合物会随着洗脱液的移动而移动，移动速度取决于样品分子的极性。非极性分量比极性分量运动得快。假设任何化合物混合物中含有三种化合物，蓝色，红色和绿色。根据极性，这些化合物的排列顺序为蓝色>红色>绿色。这就意味着蓝色是极性最大的化合物，因此它在移动阶段的移动速度最小。
- (4) 绿色的化合物会先移动，因为它比其他两种颜色的极性小。当它接近柱的末端时，拿一个干净的试管去收集绿色的样品。在这之后，红色的，最后是极性最大的蓝色化合物被收集起来，都在单独的试管中。

注意：

梯度洗脱：当样品中各组分极性相差较大时，需梯度洗脱。

其他：(1) 时间：样品在硅胶柱床中时间越长，其分解的可能性越大。

(1) 改极性：加 1% 的三乙胺或甲酸。

(2) 清柱：采用强溶剂将柱床中样品全部冲洗出来。

(十二) 薄层分析法

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒ 流程 ☐ 有害化学物质

2. 注意事项：

薄板保存：最好放在干燥器里，防止吸潮而失活。

薄板规格：长度为五 cm，宽度视需要用玻璃刀裁切。

溶样溶剂：最好是 DCM, EA 等易挥发溶剂。

样品要求：浓度 0.5-2mg/mL；点样量 1-3 微升每斑点。

样品处理：反应液需要适当预处理后方稀释，可用于点样。

TLC 常识：硅胶板上一个斑点对应的常常不是一个组分。

硅胶性质：硅胶表面带有硅醇基，呈弱酸性。化合物与硅胶接触的时间越长被破坏的可能性越大。

点样位置：点与点、点与预制板下沿的距离均为五 mm，溶剂前沿预留约 3mm。

斑点位置：所有斑点 R_f 值介于 0.2-0.8 之前。

展开方法：单项展开、二维展开、连续展开。

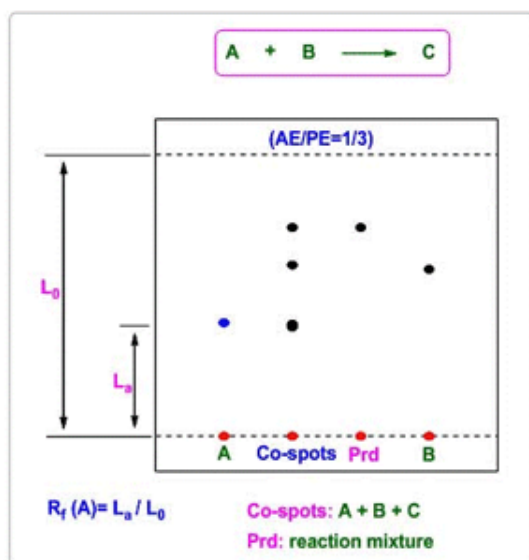
点样量：SM、CO-spot(all SMs, TM)、Prd、CK。

展开溶剂：展开剂有两个特性：

溶剂强度：指其洗脱能力，取决于溶剂各组分比例。

选择性：将其不同组分分开的能力，取决于强溶剂。

注意：样品在 TLC 板上分不开时，则需要保持展开体系强度不变而更换展开剂（更换其中强溶剂种类）以提高选择性。



斑点不动：增大展开剂强度。

斑点分不开：更换溶剂种类。

斑点移动太快：减小展开剂强度。

斑点拖尾：添加 1% $\text{HCO}_2\text{H}/\text{Et}_3\text{N}$ 。

常见溶剂分类（按极性强弱分类）

强极性溶剂： $\text{H}_2\text{O} > \text{MeOH} > \text{EtOH} > i\text{-PrOH}$

中等极性溶剂： $\text{ACN} > \text{EA} > \text{CHCl}_3 > \text{DCM} > \text{Et}_2\text{O} > \text{PhMe}$ 。

非极性溶剂：环己烷、PE、己烷、戊烷。

选择展开剂的原则（A/B 溶剂体系, B 为强溶剂）

洗脱强度：增大展开剂强极性组分 B 的比例。

选择性：改变展开剂中强极性组分 B 的种类。

改性剂：视情况可加入 0.5% 的甲酸或者三乙胺。

3. 操作指南

（1）用铅笔在板的底部做一个细的记号，用来做样品点。

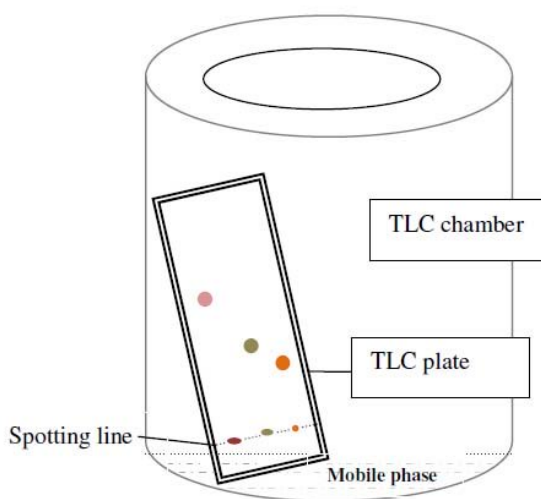
（2）然后，将样本溶液均匀地涂抹在线上标记的点上。

(3) 流动相被注入 TLC 展缸，在瓶底上方几厘米的水平位置。在展缸内壁放置湿润滤纸以保持相等的湿度，同时也避免了边缘效应。

(4) 现在将准备好点样的平板放置在 TLC 展缸中，使平板与样品线的一边正对着流动相。然后用盖子把展缸盖上。

(5) 然后溶剂将平板浸没，使样品斑点远高于流动相的水平(但不浸没于溶剂中—如图所示)，以便显影。

(6) 为斑点的形成留出足够的时间。然后取出平板，让它们风干。现在可以在适当的紫外灯室或其他推荐的方法中观察样品斑点。



4. 硅胶 TLC 显色定位方法

显示定位原则: 至少使用 2 种方法显示定位。

紫外灯显示定位: 适用于芳香化合物和含大共轭体系的化合物。

碘显色定位:

A: 可逆法: 用碘熏蒸或者用 0.5% 碘的氯仿溶液浸湿法。

B: 不可逆法: 先用 A 法显色, 挥发背景碘, 用 1% 淀粉溶液显色。

化学显色定位: 将展开 TLC 板吹干, 浸入显色剂溶液, 拿出擦干, 用电吹风加热显示定

位。

实验室常用显色剂：

磷钼酸显色剂：通用型显色剂，组成：12g 磷钼酸 + 250ml 乙醇。

高锰酸钾显色剂：适用于不饱和化合物和醇。组成：3g KMnO_4 + 20g K_2CO_3 + 5%

NaOH + 200ml H_2O 。

二硝基苯肼显色剂：适用于醛酮显色，组成：12g + 60 ml 浓硫酸 + 80 ml H_2O + 200ml 醇。

(十三) 重结晶

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒ 流程 ☐ 有害化学物质

2. 前提条件：

杂质总含量不超过 5%。

3. 基本原理：

溶质与溶剂的“相似相溶”原理。即极性强的化合物用极性溶剂重结晶，极性弱的化合物用非极性溶剂重结晶。

4. 重结晶方法

(1) 单一溶剂：1-4ml 沸腾时 0.1 克固体全溶且冷却后析出结晶

(2) 混合溶剂重结晶：找不到合适溶剂时考虑此法。

A：产物极性较大，杂质极性较小时，溶剂以极性溶剂为主。

B：产物极性较小，杂质极性较大，溶剂以非极性物质溶剂为主。

(3) 柱层析流动相：柱层析过程中析出固体时的流动相适合该组分重结晶。

5. 重结晶操作：

(1) 步骤：加热溶样-脱色-热滤-冷却-过滤-洗涤-干燥。

(2) 混合溶剂重结晶：

- A：在体系沸腾时，用适量的良溶剂溶解样品，可多加 10%-20%的溶剂；
- B：若有不溶物，则热滤，若有色，加活性炭 1-2%，煮沸后热滤；
- C：向热溶液中小心加入热的不良溶剂。直至所出现的混浊不再消失为止，再加入少量热良溶剂或者稍热使恰好透明；
- D：将混合物冷至室温，使结晶从溶液中析出。
- E：使用少量重结晶溶剂充分润湿晶体，洗涤晶体表面母液，抽滤。
- F：晶体干燥：晾干或烘干，注意防尘。

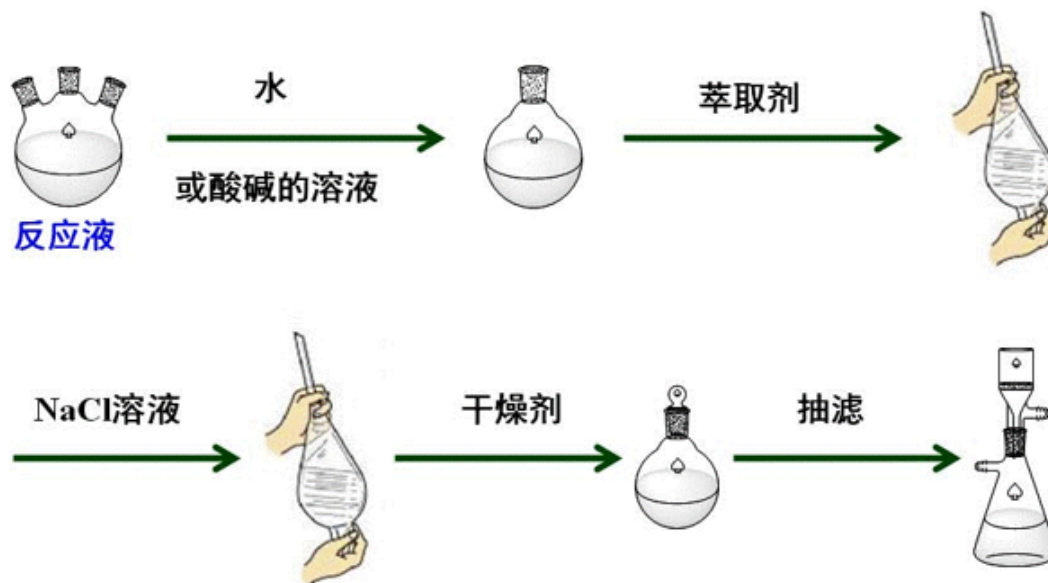
(十四) 常见反应后处理流程

院系	化学生物学与生物技术学院
实验室管理员	韩飞朋
紧急联系电话	15738399692
SOP 覆盖范围	F214&F211
SOP 完成日期	2020/05/31

1. Type of SOP: ☒ 流程 ☐ 有害化学物质

- (1) 向淬灭后的反应混合物中加入水或者酸碱的水溶液；
- (2) 采用合适的溶剂（DCM、乙醚、氯仿、乙酸乙酯）萃取有机产品；在拿到产品前切勿丢掉任何一相。除有机相中少量酸：使用饱和碳酸氢钠溶液，羧酸和磺酸除外。除有机相中少量碱：使用 1M 盐酸溶液。
- (3) 使用饱和氯化钠溶液脱除有机相中残留的水。
- (4) 使用干燥剂干燥有机相。[注意无水硫酸镁显微弱酸性](#)。无水硫酸钠（中等干燥能力），通用型干燥。无水硫酸镁（干燥能力强），不适合对酸敏感化合物干燥。无水氯化钙（干燥能力强），不适合胺、醇和对碱敏感的干燥。
- (5) 浓缩有机相获得粗品，准备快速层析分离。

常见反应后处理流程



2. 反应后处理过程中溶剂的处理办法

易处理溶剂：EA、乙醚、DCM、PE、减压浓缩即可。

低沸点水溶性溶剂：减压蒸馏（如 THF、EtOH、HOAc 等）或用水稀释后萃取（THF、二氧六环等）。

高沸点水溶性溶剂：如 DMF、DMSO，用 10 倍水稀释后萃取。

水溶性胺：用稀盐酸、或 10%CuSO₄（10 倍体积）洗涤。

共沸蒸馏：形成共沸混合物，除去高沸点溶剂，循环 1-3 次。

除去吡啶：添加甲苯或环己烷。水：添加甲苯或苯。

3. 后处理常用溶液的性质

弱酸性物质

NH₄Cl 饱和胺溶液（PH 5-6,用于中和微量碱）

1M 或 2M 的 HCl 溶液（PH 1,用于中和或酸化）

弱碱性物质

NaHCO₃ 饱和溶液 (PH 8.5 , 用于中和微量酸)

Na₂CO₃ 饱和溶液 (PH 11, 用于中和微量酸)

1M 或 2M 的 NaOH 溶液 (PH 12, 用于中和或碱化)

NaCl 饱和溶液：常用于除去有机相中残留的水分。

10% 亚硫酸钠溶液：具强还原性和弱碱性，除过氧化物。

10% 硫代硫酸钠溶液：除 Br₂ 和 I₂。

10% 酒石酸钾钠溶液：除去铝盐。

CuSO₄ 饱和溶液：除去有机胺。

KF:除去三烷基锡。

氨水/氯化铵溶液 (PH 8) :除去 Cu²⁺。

FeSO₄ 饱和溶液：除去 CN⁻ 离子。

浓盐酸：12M 浓硫酸：18M 浓氨水：14.5M 浓硝酸：15.9M

二、安全卫生守则

(一) 总则

1. 所有实验室成员有义务做到：
 - 1) 保证实验室的水电、溶剂、试剂安全；
 - 2) 维护实验室卫生环境，营造良好学习氛围，互帮互助；
 - 3) 认真执行化学实验室安全制度和学院有关的安全管理制度；
2. 实验室成员必须服从指挥，在被指出错误之处时，要及时改正；
3. 分工明确，责任人有权利及义务指正其他成员的不良行为。

(二) 实验操作安全准则

1. 对于我们组做过的比较危险反应，做法尽可能询问具体的人员；
2. 涉及危险化学品的实验操作，需搞明白具体的试剂类别，后处理注意事项，不明白的可以问郭老师和许博等；
3. 过夜回流反应，回流的冷凝水需确定是否在流动(防止冷凝水没有流动而使反应溶剂蒸干)；
4. 高温加热反应，注意温度设定是否正确，使用有温度探针的加热器，确认探针是否置于水浴或油浴锅内。如果加热的是可能会爆炸的物品(如叠氮化物)，需放置安全挡板。

(三) 溶剂、试剂安全

1. 回流溶剂系统：

除负责人以外的人员，不要私自调整加热大小、旋动瓶塞、添加溶剂；发现溶剂不足、体系漏气等异常现象，可以及时向相应负责人反映。日常使用时，不要收集溶剂后过几个小时再使用，尽量控制在半小时内收集并使用。遇到剩余溶剂不多的情况，更应该多留意，用多少蒸多少。

其次，每一位相应溶剂负责人（THF 除外），在每晚你自己离开实验室之前，查看所负责的溶剂是否还在继续回流，如果在回流，在 F211 微信群里面询问一下是否还有人要用，没人需要就把加热关了；如果有人回应晚点还需要使用，之后关加热等事情由这个人负责。

初进实验室的学生和助研在使用相关溶剂时，必须相关的高年级陪同以及解释各溶剂的注意事项。

溶剂（甲醇、乙腈、三乙胺、甲苯、二氯甲烷、乙醚）使用注意事项：

- （1） 溶剂重蒸前需要提前观察橡胶管与水龙头连接处是否接好！！
- （2） 检查冷凝管是否完好、是否通畅；氮气进出管是否通畅，氮气输出是否正常；加热套是否正常；氮气钢瓶仪表是否正常显示等等，仔细观察好，防止事故的发生。
- （3） 溶剂重蒸前需要提前预干燥！！！！
- （4） 预干燥过程：取出金属钠块，用滤纸或卫生纸将表面的煤油擦拭干净，用剪刀将金属钠剪成细颗粒，然后将细颗粒金属钠加入到预先加入溶剂（四氢呋喃或甲苯）的容器中，用插有气球的橡胶筛盖住容器口。

- (5) 重蒸溶剂检查容器中的剩余的溶剂是否够用!!
- (6) 当溶剂剩余不多时,及时加入预干燥过的溶剂,防止溶剂蒸干发生事故;另外量不能超过容器体积的 2/3 以免回流时空间过小而发生危险。

2. 管制品溶剂

一般是指管制品(甲苯、丙酮、乙醚、硫酸、氯仿、醋酸酐等)在实际使用时需要记录并向负责人报备说明。

2.1. 试剂的购买与存放

购买试剂需按照实验室常规操作(发在群里经同意后购买, @郭老师和伍姐, 注明试剂名称、CAS 号、公司、价格、购买日期、购买人和存放位置, 方便相关人员登记入库)。试剂使用完之后及时放回原库存地, 方便他人下次使用(特别是需低温保存的试剂, 用完及时放回)。如果购买的时间在一周左右没有收到, 可以再提醒一下伍姐。

2.2. 特殊危险试剂的使用规范

使用易挥发的有毒试剂及有刺激性气味的试剂(碘甲烷、硫酸二甲酯、甲醛、苄溴、劳森试剂、吡啶、苯酚)注意尽量避免挥发到实验室内, 一定要拉低通风橱在通风橱内操作, 操作人自己需戴好防毒面具, 防护眼镜, 取用有毒试剂之后的仪器如长针头、注射器、药匙等需在通风橱内处理干净后才可丢弃或归回原处

2.3. 剧毒物品的称量注意

带上一次性手套, 打开外盖, 用专用镊子打开内盖, 取出干净称量瓶, 用专用电子天平称定重量, 回零, 用专用药匙从毒品容器中取适量毒品放入称量瓶中, 称定重量, 用多加少减方法调节到所需重量。所用器具用卫生纸擦拭干净后放回远处, 用过的卫生纸和一次性手套放入广口玻璃瓶直接回收。

2.4. 使用易燃易爆物注意

- (1) 各类物品必须分类妥善保存，严格管理，保持通风良好，并设置明显标识。
- (2) 易燃易爆化学危险品周围严禁吸烟和明火，物品之间保持一定距离。
- (3) 凡是用玻璃容器盛装的化学危险品必须采用木箱搬运，严禁撞击、振动、摩擦、重压和倾斜。
- (4) 进行定期和不定期的安全检查，查出隐患，及时整改和上报。
- (5) 取用易燃易爆物品一定要注意远离火源，轻拿轻放，保持实验台的干净整洁，以防出现意外情况。

3. 卫生方面（公共区域和个人区域）

(一) 安全检查细则

郭老师和安全员将每周抽查 1-2 次(周二上午 and/or 周五上午)。后附有明确的奖惩制度，请大家严格执行。

(二) 公共区域及改善标准（每周值日团队负责）

主要是指：A. 重蒸体系区域；B. 公共旋转蒸位置；C. 氩气氧气钢瓶区域；D. 称量台区域（有两处）；E. 公共通道区域；F. 试剂柜上层以及库房；G. 超声波与密封仪器区域。

- 1) 重蒸溶剂和公共旋蒸区域（A 和 B），插电前要保证制冷系统已开，不让溶剂蒸干，取完溶剂后，把带来的所有私人物品带走，加溶剂之后把空瓶子带走，不允许在重蒸区域堆放任何杂物，相关人员每周检查一次循环水水槽保持不堵状态



(THF、EA、Hex 区域)



(DCM、甲苯、乙醚区域)



(甲醇、乙腈、三乙胺区域)



(公共旋蒸区域)

2) 氩气氧气钢瓶区域和称量台区域 (C 和 D), 气体钢瓶区域内, 破损的气球清理干净;

天平和称量台都需要擦拭干净, 清理多余的无机盐试剂;



(氩气氧气区域)



(前面称量台)



(后面称量台)

- 3) 公共通道，不能堆放东西，保持畅通，保持地面干净；



(堆放太多东西)



(保持通道畅通)

- 4) 安全设施区域，包括灭火器，洗眼器。不要遮挡灭火器材和洗眼器。每组成员监察阶段至少检查一次，会有专门的安全检查表，需要相关成员签字；周围不能堆放杂物，定时检查相应设施的好坏；
- 5) F: 试剂柜上层以及库房区域，试剂柜上层按图片将纸箱及相关物品摆放整齐，及时清理一些不用的纸箱（留够装试剂瓶以及废弃针头即可）；库房只需保持底面的卫生（会统一将库房整理干净，以后只需保持原状即可）



(盐柜上层)



(常用溶剂上层)

- 6) G.超声波与密封仪器区域，保持整洁，其他无用杂物清理干净（如超声仪器的水过于脏，

须换水)；密封仪器处，如发现有残留的试剂，在群里发照片找人认领并放归原处



(超声波区域)



(密封仪器处)

监察组为废液处理分组。时间约为两周。具体时间以接受废液时间段为准(例如：A组送完废液至B组送废液之前，为B组公共区域监察阶段，期间有权对不规范的成员进行相应惩罚，收废液时间不太固定，会有两天左右的误差)。

4. 个人区域以及改善建议

个人区域主要是指通风橱，实验台、水槽、试剂架。

- 1) 通风橱卫生：通风橱里的垃圾需要及时清理，不要堆放试剂和药品或者空瓶子，保持干净整洁；通风橱下边不应堆放空瓶子以及试剂，有机溶剂不许防止热风枪附近。



(溶剂在喷枪下存放)



(放在通风橱下的柜子里)

- 2) 实验台卫生：保持整洁，放在外边的瓶子必须有塞子密封，并且有底座固定。

实验台周边不要堆放杂物，包括试剂、注射器。已损坏不能修理的仪器及时报废。

- 3) 水槽卫生：保持水槽的干净，不许往水槽里倒有机溶剂以及有毒、酸碱、带有异味、颜色深的溶剂。水槽边上保持干净整齐。



(水槽放置太多杂物)



(尽量保持干净)

- 4) 试剂台卫生：试剂台存放合理，摆放整齐，不要摆放管制类的试剂（甲苯、乙醚和丙酮等）。

5. 实验室安全卫生管理制度——安全卫生无小事！

奖惩制度：每月奖励 3 名卫生安全最好的人员 100 元，宁缺毋滥。

学院安全卫生检查点名的成员，每次扣 30 元。

每次检查时，有以下不符合要求的情况将按单项处罚，每违规 1 项记扣 1 分。有违规项者，停实验即刻整改。同时，所有违规者，当日中午前分工整理打扫公共区域。

当月累计扣 5 分以上者，按“所扣总分 x10 元/分”处以罚金，从工资中扣除，扣 5 分和 5 分以下不处罚金。

具体单项为：

1. 自己分装的溶剂没有按要求放置，溶剂瓶未放置在通风橱下柜子里；
2. 水槽脏乱；
3. 通风橱过于杂乱；
4. 实验台及实验台周边杂乱；

5. 安全通道堆放太多杂物；
6. 公共旋蒸用完没有处理，被其他人告知仍没及时整理；
7. 监察组在值日期间公共区域杂乱严重；
8. 分装 EA 和 Hex 时，尽量用吸的工具，倾倒尽量保证别洒出来，若被大院检查发现；
9. 废液没有按要求进行处理。
10. 每晚实验结束后未将通风橱拉低，经常不关 Cooler, 循环水，水浴锅者。
11. 在实验室内没有穿实验服，不佩戴护目镜以及手套。
12. 实验期间经常不必要的将通风橱玻璃防护板拉高。

注：管制试剂放在试剂台不会惩罚，但如果被大院检查并拍照会有相应惩罚。

安全无小事，有任何需要补充的可以向负责人反映。谢谢大家。

6. 废液的处理

- 1) 废液的正确预处理（各类常见的实际后处理方法）
- 2) 废液的分类以及倒入相应的废液桶
- 3) 废液的回收问题：会分成小组进行轮流值日负责

7. 常见的危险化学品试剂以及处理流程

A) 碱金属钠、钾、锂的处理标准操作流程(Na,K,Li)

金属钠的后处理：有两种方法，第一种为优先。

方法一：

- a) 准备程序：钠的处理必须在整理好的通风橱内进行，由主管、组长或其指定的有经

验的人来操作，并且第二人在场监察，保证该通风橱内无其他任何化学试剂。把灭火砂、消防棉准备好（不要用 CO₂ 灭火器），在向处理瓶中滴加无水乙醇之前，必须保证所有残存的钠浸泡在 THF 或甲苯中，若没有完全浸泡，需要将未浸泡部分用磁子吸出棒等将其小心导入，也可加入适量的 KOH 干燥过的 THF 或甲苯浸泡（溶剂总体积不超过瓶子体积的 1/3），加入适度大小的磁子让该体系快速搅拌。

b) 操作程序：系统内冲入惰性气体，乙二醇/干冰(-10.5℃)浴(冰水浴有潜在的危险性)冷却后，在三颈瓶上装上滴液漏斗，敞开另外两个或其中一个颈（最好一端装温度计插入剂中部，另一端安上较短的干燥的没有冷凝水冷凝管），开始向体系中缓慢滴加无水乙醇，观察气泡较慢的产生，保持体系冰冷的温度，约 10 分钟后，可细心小量增加滴加速度（观察气泡较慢的产生，和控制温度）。滴加过量的无水乙醇，直至无氢气产生，无明显的块状固体残留，体系变清（溶剂总体积不超过瓶子体积的 2/3）。

c) 后处理程序：继续滴加少量的 50%乙醇，搅拌 2 小时，该处理过程约需 3 小时。之后稀盐酸水溶液中和，处理液倒入废液桶中。

d) 注意事项：操作小心谨慎，不要让磁子等打破三颈瓶！

方法二：

a) 准备程序：钠的处理必须在整理好的通风橱内进行，由主管、组长或其指定的有经验的人来操作，并且第二人在场监察，保证该通风橱内无其他任何化学试剂，必须保证操作范围无水。把灭火砂、消防棉准备好（不要用 CO₂ 灭火器）。

b) 操作程序：用一个敞口的容器（塑料盆），里面倒入预冷的无水乙醇，用勺取少量的残余钠放入敞口的容器中，同时不停的搅拌，观察气泡缓慢产生，体系温度不超过 45 度。残余的含钠粘状物，可分数次用勺挖出来。在蒸馏瓶里剩下少量残余的粘状物，加入适量的 KOH 干燥过的 THF 浸泡，再可以向蒸馏瓶里缓慢滴加无水乙醇搅拌，小量分批倒入上述

敞口的容器。

c) 后处理程序：处理后的溶液放置过夜，检查无固体残渣后，用稀盐酸中和，处理液倒入废液桶中。

d) 注意事项：切记该法不用冰水冷却。该法不适合在天气潮湿时操作。含钠残余物的转移必须小心谨慎。

金属钾的后处理：

搅拌下将待处理的金属钾一小粒一小粒地加到干燥的叔丁醇中(21ml 叔丁醇/g金属钾)，再小心加入无甲醇的乙醇，搅拌，促使其全溶，然后用稀酸中和。

金属锂的后处理：

搅拌下将待处理的金属锂一小粒一小粒小心地加到95% 乙醇中(30ml95% 乙醇/g 金属锂)，搅拌，促使其全溶，然后用稀酸中和。

B) 有机锂化物 (n-BuLi, s-BuLi, t-BuLi, MeLi, PhLi)

危险特性：化学反应活性很高，与空气接触会着火。与水、酸类、卤素类、醇类和胺类接触，会发生剧烈反应。 燃烧(分解)产物：一氧化碳、二氧化碳、氧化锂。建议操作时在装置旁边放置一盆干冰或丙酮-干冰浴。 必要时将锂试剂丢入其中,避免更大的危险。针头、针筒等应先在干冰中放置1 小时以上，然后用丙酮洗涤, 针头丢入锐器盒中。

废弃有机锂化物化合物的处置

有机锂化物 (n-BuLi, s-BuLi, t-BuLi, MeLi) 低温 (-50 - -20°C) 溶于四氢呋喃中，慢慢加入乙醇 (2.0 当量) 或乙酸乙酯，然后加水稀释，最后加稀HCl至溶液变清，倒入落地通风柜内相应的废液桶。

C) 金属氢化物 (NaH、CaH₂ 等); 氨基钠 (NaNH₂) 等

操作过程及氢化物的处置：

a) 如果是反应剩余中的过量金属氢化物：在通风橱内

如少量金属氢化物，可在 20-35 度，搅拌，向反应体系中缓慢加入无水乙醇，待体系温度不再上升，缓慢加入水，进行反应后处理;

如金属氢化物量比较大，可将反应体系缓慢倒入敞口的 95%乙醇体系中，进行反应后处理;

如果乙醇等溶剂对反应后处理影响比较大，可将反应体系缓慢倒入含 1%水的乙酸乙酯溶液中;

后处理氨基钠的过程中，要注意释放出来的大量氨气，避免熏倒;

b) 废弃金属氢化物：在通风橱内;

将固体废弃金属氢化物分批加入到敞开 95%乙醇体系的体系(如烧杯)中，控制温度不超过 35 度;

后处理氨基钠的过程中，要注意释放出来的大量氨气，避免熏倒;

如废弃金属氢化物外观成粉末状，则需避免扬尘，用塑料布、帆布覆盖，减少飞散;

如不能判断废弃金属氢化物的类别和含量，则需交到安全部统一处理;

c) NaNH₂ 的反应比较缓慢，建议搅拌至少 8 小时以上(可考虑搅拌过夜)，直至体系内无灰白色氨基钠颗粒。

D) 氢化铝锂

反应液的后处理：

a) -78oC 下滴加氯化铵饱和溶液

- b) 冰浴冷却及搅拌下缓慢滴加 40% 氢氧化钠水溶液
- c) 冰浴冷却及搅拌下分批加入十水硫酸钠粉末状固体直至体系呈白色

废弃氢化铝锂的处理：

将废弃氢化铝锂悬浮在干燥的四氢呋喃中，冰浴冷却及搅拌下小心滴加乙酸乙酯，然后在搅拌下滴加氯化铵的饱和溶液，室温下搅拌 2 小时，分出上层有机相，倒入废液桶中，下层水相用稀 HCl 中和。

E) 处理三溴氧磷的基本操作流程

- a) 根据三溴氧磷的量准备一定量的饱和碳酸钾溶液（碳酸钠，氢氧化钠溶液也可以）。
- b) 用冰浴将碳酸钠溶液冷却至 0°C。
- c) 在强的搅拌下，分多次将三溴氧磷加入碳酸钾溶液中去。每次滴加最好不要超过 1 克，本次滴加完毕注意观察溶液，直到没有气泡产生，才能进行下一次的滴加。
- d) 保持溶液温度小于 5 摄氏度。
- e) 确保溶液 pH 值总是大于等于 8。如果溶液 pH 小于 8，请更换溶液，并重复以上操作步骤。
- f) 三溴氧磷处理干净后，该溶液需被静置搅拌 1 到 2 小时，然后倒入废液缸。

F) 处理高氯酸的基本操作流程

- a) 浓度 < 85% 的高氯酸

操作时应戴护目镜。倒酸始终应在水槽上方进行，以免酸液外溅，并便于及时处理。用高氯酸氧化时，首先要用硝酸盐处理试样，除去容易氧化的物质。加热高氯酸必须在通风橱内进行。在高氯酸通风柜中不能贮存有机物。不允许高氯酸与强脱水剂接触（例如浓

硫酸、五氧化二磷等)。

b) 无水高氯酸(85%以上)

只能有经验的研究工作者操作无水高氯酸，而且他们对高氯酸的性质必须有充分的了解。必须有安全防护装置，以防爆炸，取酸操作必须在合适的通风柜内进行，柜内器皿应少，不应放其它无关的化学药品。准备使用无水高氯酸时，应事先告诉一下同房间的别的同行。必须戴好安全护镜，面罩，薄长手套和橡胶围裙。只能用新制备的无水高氯酸。未用完的无水高氯酸，应当天处理。不要制备多于每天工作所需要的无水高氯酸。无水高氯酸与有机物接触通常会发生爆炸。

c) 高氯酸的处理注意事项

溢出酸的处理：高氯酸溢出到地板或凳子上是危险的，不要用抹布抹，也不能用干的可燃物吸收溢出的酸。首先应该中和掉，然后用抹布、纸、毛巾擦。被污染的抹布、纸、毛巾必须保持湿润以防干燥燃烧。把这些污染物放在塑料袋里密封起来作为易燃物处理掉。如果溅出的酸能用化学法处理，则中和湿润过的地方要冲洗干净。

剩余酸的处理：洗涤容器中少量的高氯酸至少要用十倍体积的水冲洗。

G) 处理高锰酸盐基本操作流程

- a) 操作时应戴护目镜、活性炭口罩及戴橡胶手套，远离火种、热源，远离易燃、可燃物，避免产生粉尘及与还原剂、易燃物品接触。
- b) 配制高锰酸盐溶液时应在水槽上方进行，以免外溅发生事故，并便于及时处理。
- c) 高锰酸盐参与的反应必须在通风橱内进行，并且该通风橱内不得同时放置还原剂、有机溶剂及易燃物品。
- d) 不允许高锰酸盐与还原剂接触。

- e) 被高锰酸盐污染过的器皿及溅出物经收集后可用草酸水溶液浸泡、冲洗，反应中产生的废水可在冰水浴冷却及搅拌下向体系中缓慢滴加草酸水溶液，维持体系温度在 5~25℃，直至高锰酸根的特征紫红色消失为止，再加入适量保险粉去除体系中可能生成的 MnO_2 的残余氧化能力，搅拌 2 小时，处理液倒入废液桶。

H) 催化剂: Ranny Ni, Pd/C, Pd(OH)₂ 等贵金属

Pd/C 干燥时易燃，和空气或有机物的气体磨擦容易燃烧，建议在投料是体系用氮气保护，也可用反应溶剂将 Pd/C 调成浆状加入反应体系中，反应结束过滤时可以加入少量二氯甲烷使 Pd/C 失活，用过的催化剂绝对禁止扔进垃圾桶、废液桶或倒入水池下水道，应转移到 Pd/C 专用回收容器中，用水封盖，贴好标签，交安全部统一处理回收。

过滤 Ranny Ni 时禁止抽干，可加入少量稀盐酸使 Ranny Ni 失活，然后装入废弃 Ranny Ni 专用回收容器中，贴好标签，交安全部统一处理回收。

I) 汞

- a) 泼散的汞可以用硫磺粉覆盖至少 12 小时后，收集并存放在贴有标签的专用回收瓶中；对于废汞盐溶液，可以制成 HgS 沉淀（适量的亚铁盐催化），过滤后，交安全部门统一回收处理。

b) 泄漏处理

由于汞蒸汽有剧毒，所以尽可能彻底清除它们是十分重要的，尤其是在封闭的空间里。清理时，请使用腈橡胶手套。实验室危险化学品处理还要求实验员穿戴实验服和防护镜。如果大量泄漏，还需佩戴自给式氧气呼吸器。将一台带有毛细管的水流抽气机连接一台真空泵，这个装置能够收集汞液滴。若汞滴掉进很难直接接触的地方，可以使用 Merconvap 把其覆盖或者使用专业工具将其收集。汇集所有汞滴放入一只高密度聚乙烯厚壁烧瓶中，并将瓶塞

仅仅塞紧。把该烧瓶送往废物回收中心或者直接退还制造商。

c) 废物处理

警告：汞的毒性表现在无论它以单质还是化合物存在，都会污染空气和水，而这种污染是不被允许的。请穿戴腈橡胶手套，实验服和自给式氧气呼吸器。立即使用真空泵和带有毛细管的吸气瓶收集所有泄漏汞滴。若汞滴掉入很难直接触碰到的缝隙中，应用 Merconva 覆盖，或者用专业工具收集。收集所有污染过的汞滴，放入烧瓶，塞好瓶塞。返回制造商，用于回收处理。

J) 氰化物、硫化氢、硫醇、硫酚

a) 硫化物可用 NaClO 溶液溶液或次氯酸钙氧化。

室温及搅拌下将 0.2 mol 的硫化物缓慢滴加到 1L(0.8mol)的次氯酸钠溶液中,滴加过程中反应放热, 温度升至 50°C 左右。滴加过程中不断加入 NaOH 保持体系为碱性。滴加完毕继续在室温搅拌 2 小时, 反应液可以直接倒入废液桶中。

b) 氰化物废液必须在通风良好的通风橱内进行处理。

搅拌下往冰浴冷却的氰化物废液中滴加 NaClO 溶液，滴加过程中不断加入 NaOH 保持体系为碱性。滴加完毕继续在室温下搅拌 2 小时。1 mol 氰化物约需 2L(1.6mol)饱和 NaClO 溶液，处理完后用亚硝酸盐试纸试验，确认 NaClO 已过量，处理液交安全部门统一处理。

K) 迭氮钠

遇酸产生有毒气体。受热易爆固体，称量时请使用牛角勺。

少量的迭氮钠废液可用亚硝酸溶液氧化处理，整个过程在通风良好的通风橱内进行。

室温及搅拌下往迭氮钠的废液中，滴加 20% NaNO₂ 水溶液(7ml 20% NaNO₂ 水溶液

/1g NaN₃, 过量 40%), 加毕, 搅拌下滴加硫酸溶液直至体系呈酸性, 气体停止放出后, 搅拌直至体系对淀粉-KI 试纸呈阳性, 然后将反应液倒入废液桶中。迭氮钠废液或固体也可用次氯酸钠溶液氧化处理。

小于 1g 的固体可加入次氯酸钠溶液处理。处理大量迭氮钠固体时, 要将固体少量, 分批加入到次氯酸盐溶液中, 每次待反应平稳后方可加入下一批, 不可以连续加入。

L) 过氧化物溶液和过氧酸溶液

在酸性水溶液中, 用 FeSO₄、亚硫酸盐将其还原至淀粉 KI 试纸呈阴性为止, 中和后倒入落地通风柜内相应的废液桶。溶剂内的过氧化物可以用碱性氧化铝、分子筛或硫酸亚铁除去: 将 100-400ml 待处理溶剂缓慢通过一根装有 80g 碱性氧化铝的柱子(2cm*33cm), 一般情况下由空气氧化产生的过氧化物均可除去。往 100ml 待处理溶剂中加入 5g 活化的 4A 分子筛, 氮气下加热回流 3 小时, 这样可以除去溶剂内所有的过氧化物。往 6g FeSO₄, 6ml 浓 H₂SO₄ 和 11ml 水的混合物中加入 1L 待处理溶剂, 室温下搅拌一小时, 溶剂内的过氧化物可以完全除去。

二酰基或二烷基过氧化物可以用如下方法进行处理: 室温和搅拌下, 往 0.022mol 的 NaI 或 KI, 70ml 冰醋酸和 1ml 35% 浓盐酸的混合物中, 缓慢滴加 0.01mol 的二烷基或二酰基过氧化物, 加毕, 室温下继续搅拌反应 2 小时, 反应液倒入废液桶中在通风良好的通风橱内进行处理。

M) 光气 (或在有机溶剂中的溶液), 三光气

在通风良好的通风橱内进行处理。冷却及搅拌下将待处理的光气 (或在有机溶剂中的溶液), 三光气加到氢氧化钠水溶液或氨水中, 加毕, 室温下继续搅拌反应 2 小时, 反应液倒入废液

桶中在通风良好的通风橱内进行处理。

N) 重氮甲烷

使用的注意事项：由于重氮甲烷的毒性和爆炸性，在较大量地制备或使用时必须小心，应在良好通风橱内和保护屏后面操作，还应戴护目镜（或全面罩）和厚橡皮手套。反应完成后应使用乙醚稀释的冰醋酸或者稀盐酸缓慢破坏后再进行其他的后处理操作。重氮甲烷在常温常压下为具有强烈刺激性及发霉气味的黄色有毒气体。它在受撞击、加热或在化学反应时，能发生强烈的爆炸。遇水分解，可溶于乙醇及乙醚。通常将重氮甲烷制乙醚溶液，而且往往是在使用前临时制备。浓溶液在有杂质存在下也容易发生爆炸。未经稀释的液体或气体在接触碱金属、粗糙的物体表面、受强烈撞击或加热到 100℃ 时，能发生爆炸。气态重氮甲烷遇毛玻璃表面，则发生爆炸，因此，不能使用磨口接头的玻璃仪器，同时要保证玻璃仪器表面光滑、无划痕缺损等。

O) 氯气

实验室中少量氯气制备常采用固体高锰酸钾或者二氧化锰与浓盐酸反应的方法。

- a) 仪器安装：在三颈瓶上装上滴液漏斗，一个口接导气管，另外的口封闭。导气管依次连接饱和食盐水的洗瓶（除去氯化氢），浓硫酸的洗瓶（除去水蒸汽）和安全瓶（防止倒吸），再通入反应瓶，最后连接尾气吸收装置。
- b) 操作规程：在烧瓶中加入少量二氧化锰，从滴液漏斗中里滴加浓盐酸（加到不超过烧瓶容积三分之一），缓缓加热，使反应加快，有氯气均匀放出。依次通过含有饱和食盐水和浓硫酸的洗瓶，通过安全瓶后通入反应中。尾气用 20% 氢氧化钠水溶液吸收吸收。

- c) 后处理：反应结束后，移去反应瓶，仍然保持尾气吸收装置。停止加热，向发生瓶里加稀盐酸，搅拌一段时间，直到确保没有气体产生。最后向残余物中加氢氧化钠水溶液中和，倒入废液桶。
- d) 注意：该操作应在通风良好的通风厨中进行，氯气是强氧化剂，有强腐蚀性和毒性。

P) 液氮的使用

液氮使用注意事项

- a) 液氮是一种超低温液体(-196℃)，如溅到皮肤上会引起类似烧伤一样的冻伤，因此在灌充和取出液氮时应特别注意，应戴棉质防寒手套；
- b) 不能用其它塞子代替专用罐盖，更不能使用密封的塞子，以免液氮持续蒸发，而形成的氮气压力增高而导致容器的损坏或发生爆炸的危险；
- c) 在使用和贮存液氮的房间内，要保持通风良好，以避免空间缺氧，造成窒息。
- d) 液氮罐在运输过程中一定要固定好，以防震动和倒翻。

Q) 无水三氯化铝

- a) 无水三氯化铝遇水剧烈分解并产生氯化氢有害气体。着火时用干燥的沙土灭火，不可用水。
- b) 本产品应储存于阴凉、干燥、通风的库房内，注意防潮，运输过程中应防雨淋和日晒，不得与碱类氧化剂共储混运。
- c) 操作人员必须穿戴耐酸防护用品。用干燥沙土混合，送到空旷地方，逐渐分批倒入大量冷水中，经稀释中和的污水放入废水系统。

R) 氨基氰处理标准操作流程(SOP-NH₂CN)

操作程序：

- a) 氨基氰的处理必须在通风良好且干净整洁的通风橱内进行；
- b) 由主管、组长或其指定的有经验的人来操作，并且第二人在场监察；
- c) 远离火种、热源，远离易燃、可燃物。避免产生粉尘；
- d) 事先配制好 2L(可视情况增减)10%的 NaOH 水溶液置于水桶中并放置在手边；
- e) 操作人员佩戴自吸过滤式防尘口罩，戴化学安全防护眼镜，穿聚乙烯防护服，戴橡胶手套，止与衣物及身体接触；
- f) 所有接触过氨基氰的器具、称量纸等投入盛有 10%NaOH 水溶液的水桶中浸泡 3 小时后取出用水冲洗，含氨基氰的废液经大大过量(10 倍以上)的 20%NaOH 水溶液淬灭，再经稀盐酸中和后倒入相应的废液桶。

后处理程序：

- a) 按照标准程序储存，通知安全部门，等候专人处理；
- b) 根据国家有关规定，可用 CO₂ 灭火器、洒水、消防棉等进行灭火；
- c) 注意事项：操作小心谨慎，禁止撒落并接触皮肤。

S) 氯酸钾处理标准操作流程

操作程序：

- a) 氯酸钾的处理必须密闭操作并在通风良好的通风橱内进行，保证该通风橱内无其他任何化学试剂；
- b) 由主管、组长或其指定的有经验的人来操作，并且第二人在场监察；

- c) 远离火种、热源，远离易燃、可燃物。避免产生粉尘。避免与还原剂、酸类、醇类接触；
- d) 把灭火砂、消防棉准备好（用大量水扑救，同时用干粉灭火剂闷熄）；
- e) 操作人员佩戴自吸过滤式防尘口罩，戴化学安全防护眼镜，穿聚乙烯防毒服，戴橡胶手套；
- f) 搬运时要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。

后处理程序：

- a) 按照标准程序储存，通知安全部门，等候专人处理；
- b) 根据国家有关规定，用安全掩埋法处置；
- c) 倒入制定的废液缸里；
- d) 将氯化钾和二氧化锰分离（溶解，过滤），再分别收集。

注意事项：操作小心谨慎，禁止震动、撞击和摩擦。

8. 公共旋蒸的使用

- 1) 保持通风橱拉低；
- 2) 循环水桶内有足量冰块；
- 3) 为了合理高效使用，可以提前告知正在使用者，告知自己接下来要用，避免造成冲突；
- 4) 用完后请及时将溶剂接收瓶的液体倒入相应的废液桶，并进行简单的清洗。如遗忘，其他实验室成员有权利让相应使用人倾倒处理。

9. 休息室的安全卫生

- 1) 不允许玩游戏、看视频等娱乐活动，违者必究；
- 2) 除了值日以外的同学，所有人应当自觉维持休息室的干净整洁，在使用电磁炉之后要及时清理台面油污，倾倒垃圾避免食物残渣过夜；
- 3) 不得穿实验服或者戴手套进休息室；
- 4) 在午休时间，一般是中午两点之前，不要制造太多噪音，影响他人休息；
- 5) 如果休息室没有人，最后一个出去的人务必记得关门。

10. 其他

请在结束当天工作后，拉低自己的通风橱，关灯、关水泵、旋蒸和 cooler。

最后一个离开实验室的同学，请检查确认水电及门窗关闭，并在 F211 微信群里汇报。

注：初进组的学生和助研需高年级带领关闭实验室两次左右才能独自关闭实验室

三、常规操作

1. 实验数据的记录：

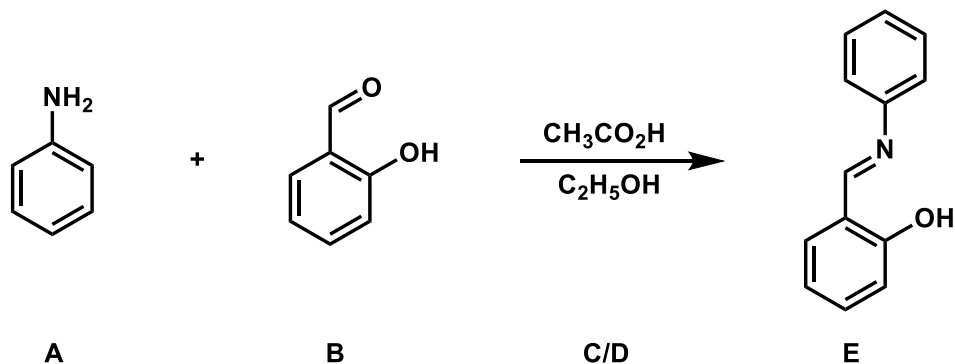
新进入课题组的人员，需按标准记录实验数据，第一次做新反应，还需要电子实验记录存档，由其所在团队的师兄师姐不定期检查，每年年末实验室打扫卫生的期间，郭老师会进行抽查。个人合成的化合物的命名要有一个相对统一便于查找的规则，且合成化合物（已发表会接下来会被发表）的各种数据要齐全（都 digitalize）且质量符合发表需求（氢谱、碳谱、红外、质谱、旋光、Rf、HPLC 等），学生毕业离开课题组之前需提供其所有电子版数据（包括之前的数据和实验记录）。

a . 实验记录模板

a) Date : Title:

b) Experiment Reference:

c) Reaction Scheme :



Substance	MWt	Equiv	mmol	Density/Conc.	Mass/Vol.
-----------	-----	-------	------	---------------	-----------

A

B

C

D

d) Experimental Procedure:

e) TLC:

f) Result: (yield, character etc.)

g) Data Checklist: (^1H NMR, ^{13}C NMR, HRMS etc.)

实验记录方式可以参照下图，上面所强调的一定要有。

2. 公共设备的使用注意事项：

2.1. 称量台

天平室规章制度：

- 1) 操作者工作时穿好工作服,班前班后整理好岗位卫生,保持天平、操作台、地面洁净；
- 2) 操作者应熟悉分析天平的原理、构造和正确的使用方法,避免因使用不当和保管不妥而影响称量准确度或损伤天平某些部件；
- 3) 所用分析天平,每年由市计量部门定期校正计量一次。任何人不得随意拆装其部件或改变其灵敏度；
- 4) 与本室无关人员不得随便入内,更不得随意操作使用天平；
- 5) 用于精密度要求高的称量使用电子分析天平。被称物重量不得超过天平最大载荷。若被称物较重,应先在粗天平上试称。

使用注意事项:

- 1) 每次称量前检查天平位置是否水平,零点偏差多少(气泡不在正中央的要调节到正中央,不会调节的问 senior member),气泡在正中的,使用过程中不得移动天平造成气泡移动；
- 2) 天平机构有任何损坏或不正常情况时,在未消除故障以前应停止使用；
- 3) 被称物的温度必须和天平室的室温一致；
- 4) 被称物须盛在干净的容器中称量,具有腐蚀性的蒸气或吸湿性的物质必须放在密闭的容器内称量；
- 5) 被称物要放在天平盘的中央；
- 6) 天平的前门不得随意打开。称量过程中只能打开左右两个边门；
- 7) 对于热的或冷的称量物应置于干燥器内直至其温度同天平室温度一致后才能进行

称量；

- 8) 称量试剂时必须佩戴护目镜，戴好手套，并利用自己的药匙取用；
- 9) 注意保持天平、天平台、天平室的安全、整洁和干燥；
- 10) 天平内不可有任何遗落的药品，如有遗落的药品可用毛刷及时清理干净；
- 11) 用完天平后，罩好天平罩，切断天平的电源。最后在天平使用记录簿上登记，并请指导教师签字。

2.2. 公共旋蒸

- 1) 玻璃零件接装应轻拿轻放，装前应洗干净，擦干或烘干；
- 2) 各磨口，密封面密封圈及接头安装前都需要涂一层真空脂；
- 3) 加热槽通电前必须加水，不允许无水干烧（水要定期更换，以免损坏加热槽）；
- 4) RE-52B 必须使(19)拧入保险孔内保险，以免损坏烧瓶；
- 5) 如真空抽不上来需检查：
 - 各接头，接口是否密封；
 - 密封圈，密封面是否有效；
 - 主轴与密封圈之间真空脂是否涂好；
 - 真空泵及其皮管是否漏气；
 - 玻璃件是否有裂缝，碎裂，损坏的现象；
- 6) 公共旋蒸与每人实验台上的旋转蒸发仪应用的溶剂或试剂种类范畴不同，自己利用的同时更要注重是否会影响他人的实验；
- 7) 对于严格限制的溶剂和试剂应该列出并打印贴在旁边以起到提示作用。
- 8) 使用过过酸、过碱或者有毒试剂利用自己的储液球，旋蒸之后要对旋转蒸发仪进行

彻底地清洗和消毒，以防影响下一个人的实验。

- 9) 为了使得公共旋转蒸发仪使用更高效并充分利用，应该对于公共旋蒸进行实名登记，并记录使用时间，这样可以使下一个使用的同学更合理安排实验时间。
- 10) 旋蒸之后的试剂不应长时间放在公共通风橱中，若旋蒸比较困难且时间较长应该不时过来看一眼旋蒸情况。

2.3. 气体钢瓶

1) 气体钢瓶的存放

- ①压缩气体属一级危险品，尽可能减少存放在实验室的钢瓶数量，实验室内严禁存放氢气。
- ②气体钢瓶应当靠墙直立放置，并采取防止倾倒措施；应当避免曝晒、远离热源、腐蚀性材料和潜在的冲击；同时钢瓶不得放于走廊与门厅，以防紧急疏散时受阻及其它意外事件的发生。
- ③易燃气体气瓶与助燃气体气瓶不得混合放置；可燃、易燃压力气瓶离明火距离不得小于 10 米；易燃气体及有毒气体气瓶必须安放在室外，并放在规范的、安全的铁柜中。

2) 气体钢瓶的使用

- ①打开减压阀前应当擦净钢瓶阀门出口的水和尘灰。钢瓶使用完，将钢瓶主阀关闭并释放减压阀内过剩的压力，须套上安全帽(原设计中无需安全帽者除外) 以防阀门受损。取下安全帽时必须谨慎小心以免无意中打开钢瓶主阀。
- ②不得将钢瓶完全用空(尤其是乙炔、氢气、氧气钢瓶)，必须留存一定的正压力。
- ③气体钢瓶必须在减压阀和出气阀完好无损的情况下，在通风良好的场所使用，涉及

有毒气体时应增加局部通风。

④在使用装有有毒或腐蚀性气体的钢瓶时，应戴防护眼镜、面罩、手套和工作围裙。

严禁敲击和碰撞压力气瓶。

⑤氧气钢瓶的减压阀、阀门及管路禁止涂油类或脂类。

⑥钢瓶转运应使用钢瓶推车并保持直立，同时，关紧减压阀。

3) 氢气气体钢瓶

使用前要检查连接部位是否漏气,可涂上肥皂液进行检查,确认不漏气后才进行实验在确认减压阀处于关闭状态(T 调节螺杆松开状态)后,逆时针打开钢瓶总阀,并观察高压表读数,然后逆时针打开减压阀左边的小开关,再顺时针慢慢转动减压阀调节螺杆(T 字旋杆),使其压缩主弹簧将活门打开。使减压表上的压力处于所需压力,记录减压表上的压力数值。使用结束后,先顺时针关闭钢瓶总开关,再逆时针旋松减压阀。

注意事项：

1. 室内必须通风良好,保证空气中氢气最高含量不超过 1%(体积比)。室内换气次数每小时不得少于三次,局部通风每小时换气次数不得少于七次;
2. 氢气瓶与盛有易燃、易爆物质及氧化性气体的容器和气瓶的间距不应小于 8 米;
3. 与明火或普通电气设备的间距不应小于 10 米;
4. 与空调装置、空气压缩机和通风设备等吸风口的间距不应小于 20 米;
5. 与其他可燃性气体贮存地点的间距不应小于 20 米;
6. 禁止敲击、碰撞;气瓶不得靠近热源;夏季应防止曝晒;
7. 必须使用专用的氢气减压阀,开启气瓶时,操作者应站在阀口的侧后方,动作要轻缓;
8. 阀门或减压阀泄漏时,不得继续使用;阀门损坏时,严禁在瓶内有压力的情况下更换阀门;
9. 瓶内气体严禁用尽,应保留 0.2-0.3MPa 以上的余压。

3. 电子数据的存放管理

(1) NMR 谱图处理软件

Mestrec

MestrecNova

Mnova NMR 功能简介

1. 兼容性好。可以处理 Bruker、Varian、JEOL、Gemini、Siemens、Nuts 等核磁数据。
2. 类 PPT 操作界面。同一窗口可浏览并处理多张谱图，提高工作效率。
3. 导出数据专业化。可以按照国外著名期刊要求格式导出数据，数据可直接用于文章的发表或论文的写作。
4. 化学结构自动验证 (ASV)。
5. 自动归属 1D 和 2D 核磁数据，并可导出数据列表用于文章和论文的写作。
6. GSD:自动谱峰拟合及多谱图定量分析。
7. 谱图叠加处理及代谢谱图批处理分析功能。
8. 差谱处理功能。
9. 另外还具有脚本撰写、自动排版、直接导入化学结构、谱图注释标记等功能。

Mnova MS 功能简介

1. 兼容性强。
2. 根据质谱数据进行元素组成分析。
3. 化合物结构吻合验证。

NMRPredict Desktop 功能简介

1. 根据化合物结构预测 ^1H 、 ^{13}C 及杂原子 F、O、N、P、Si、B 谱等。
2. 综合考虑化合物立体构型对核磁信号的影响,使预测结果更加准确可靠。

DB (Database) 功能简介

1. 可以对实验数据 (NMR 及 MS) 储存、检索及管理
2. 根据储存信息更准确的解析新的化合物结构。

NMRPredict Full 功能简介

1. 数据库包括天然产物及其他有机分子 (1-99 个碳) 近百万张核磁谱图。
2. 可以通过核磁谱图检索相关结构,并可追踪至文献数据。
3. 可通过结构或子结构(或分子量,作者等)检索有关核磁数据及文献数据
4. 允许自行建立并储存自己的核磁数据,并可简便检索,非常适合于复杂分子的结构解析。

(2) ^1H NMR 图谱处理

1. 打开原始数据文件夹,找到 FD 文件,打开,键入 FT,自动转化为图谱。
2. 键入 AP,自动调节相位:或键入 QP,快速调节相位。QP 不如 AP 效果好。如果自动调节相位效果不佳,也可用手动调节。

1) base level 状态下,双击鼠标 mouse 左键出现黑色十字,按左键拉动十字,选定相位不好的一部分峰(出现红色块定义),键入 1(调解相位时按 mouse 左键,平移鼠标调节相位):同理,按左键拉动十字,选定相位不好的另一部分峰,键入 2(调节相位时用按 mouse 右键,平移鼠标调节相位)。

2) 回车键回到 Base level 状态,键入 PE,按住鼠标左键平移,调节所定义的组峰 1 的相位。按住鼠标右键平移,调节所定义的组峰 2 的相位。遇到有峰形较差,不能调节好时,可重复进行以上操作,直到峰形较佳,相位较好。

- 3) 操作完成, 按及回车键确认。
3. 然后输入 SR 进行位移转化,将 TMS 峰定为零点。
4. 放大图谱:双击鼠标左键出现黑十字,同上操作,对图谱需放大的部分进行选定(红色块定义),点击鼠标右键,即可放大的图谱。
5. 积分
 - 1) 入 FELP 及回车键,调平基线变平可使积分线变平,反复键入 FP 几次即可。或者先键入 B,点击选定一些没有峰的区域(红色定义),注意不能点中有峰形的地方,选好后,键入 LP 及回车键。这样可以使基线变平,没有毛毛峰
 - 2) 入 AI,为自动积分。或者键入 ID,进行手动积分:双击鼠标左键,出现绿色线,为积分区间左限,移动光标,单击鼠标左键,为积分区间右限,这就定义了积分区间。同理可对不同的峰进行手动积分。即积分区间取得定义为左两下,右一下。

处理谱图软件的使用, 郭老师制作一个视频, 刚进组的成员需仔细看一下。

4. 每晚最后离开实验室的关门情况

a. 个人离开实验室前的查看事项

关闭旋蒸体系的 cooler、水浴锅加热、以及水泵的循环水。如果有加热回流的过夜反应, 请确保冷却循环水没有问题(不会停水、水槽不会堵), 且加热回流体系已经稳定。同时, 有回流过夜反应, 加压过夜反应等危险反应, 请不要将通风橱的灯关闭, 这样在夜间出现安全问题可以迅速定位事故地点。如果没有存在安全隐患的反应, 请离开前将通风橱的灯关闭, 通风橱挡板下拉, 原因见上。

b. 最后离开实验室的人检查安全细节

最后一个人离开实验室时,关闭烘箱电源,公共重蒸溶剂(除 THF)加热电源以及 cooler 电源,真空泵电源,必须认真检查关闭整个实验室水、电、门、窗、气,关门时确保排风系统已调到自动,关门后需要在实验室微信群告知大家已关门。

5. 工作的交接问题

毕业或者其他原因需要离开实验室时,应该及时把工作内容和实验数据以及已经取得的成果交付给下一个人,便于高效地完成后续工作。具体是(包括填写实验室交接工作明细表):

- 1.在新人未正式从事交接工作之前,可以先将所交接的工作整体情况和新人说一下,包括目标产物、合成方法等,可以先让新人有个整体上的认识。
- 2.假如是一些比较琐碎、实践性强的工作,光和新人说还不够,还要具体就每一项工作的具体工作流程和环节,操作演示给新人,让其认识加深。这里尤其指将工作交付给刚进入课题组的新生。
- 3.为了更好地指导新人,完成上述事项后,还可以先让新人具体去做重要的几项工作,但是老生需要在旁边监督和指导新人所做的工作。
- 4.除了做具体工作外,新人还需要了解一些工作注意事项。这可能是老生多年工作总结得出的经验,告知新人就可以让其少走弯路。

此外还需注意:

- 1.日常工作事项最好用文档辑写清楚,有难度及危险操作的,一定要醒目备注注意事项。
- 2.待办的事务,也需整理明细,并且提供解决方案或大概解决思路。
- 3.重要的实验工作,能在休假前完成的尽量完成,避免因交接遗漏或遗忘造成重大损失和困

扰。

4.工作交接时，操作性的事项，一定要示范给被交接工作的人看并且实践操作，避免被交接人听懂了，但到做的时候又不知如何下手。

5.自己的实验工作总结、梳理，尽量简洁有效的传达给被交接人。

毕业或者其他原因需要离开实验室时，应该及时把工作内容和实验数据以及已经取得的成果交付给下一个人，便于高效地完成后续工作。

实验室交接工作明细表					
项目	内容	是否完成	日期	检查交接人	备注
试剂管理	未用完的中间体全部旋干并充惰性气体，放置于样品瓶中（标明化合物结构是、质量、反应号、合成实验员名称、封存日期）	是 ☐			
	完成sheet2试剂管理中关于中间体的统计表格并标明结构式、质量、存放位置，然后将该表发送给叶涛老师和郭益安老师。	是 ☐			
	私人试剂整理并将仍然可以使用的放置在公共试剂区域，并更改库存区域。	是 ☐			
	废弃试剂和物品按照规定进行分类丢弃。	是 ☐			
数据备份	NMR原始和处理过的文件留档	是 ☐			
	IR PDF文件留档	是 ☐			
	HRMS PDF文件留档	是 ☐			
	HPLC（测试enantiomer的ee值的图谱，存为PDF file）	是 ☐			
	旋光（所有手性物质需提供旋光数据，注：需标明测试浓度，温度，溶剂）	是 ☐			
	电子版实验记录本留档，纸质版扫描为PDF文件后留档并将记录本交给郭益安老师（纸质版实验记录本侧面与正面均贴上自己的姓名）	是 ☐			
其他工作	实验台、通风橱以及橱柜的清洁打扫。	是 ☐			

所有存档电子版文件统一存放在组内公用移动硬盘上。

6. 常见事故的处理办法

起火

（1）小火、大火：小火用湿布石棉布或沙子覆盖物，大火应使用灭火器，而且根据不同的着火情况选用不同的灭火器，必要时应报火警，119

- (2) 油类、有机溶剂着火：切勿用水灭火，小火用沙子或干粉覆盖灭火，大火用二氧化碳灭火器灭火。也可以用干粉灭火器灭火。
- (3) 精密器电气设备着火：切断电源，小火可用石棉布或湿布覆盖灭火，大火用四氯化碳灭火器灭火，也可以用干粉灭火器灭火。
- (4) 活泼金属着火：可以用干燥的细沙覆盖灭火。
- (5) 纤维材质着火：小火用水降温灭火，大火用泡沫灭火器灭火。
- (6) 衣服着火：应迅速脱下衣服或用石棉覆盖着火处或卧地打滚。

实验室常备灭火器的药液成分和适用范围（见表）

常用灭火器的适用范围		
灭火器类型	药液成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	油类
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	电器、小范围油类
干粉灭火器	NaHCO_3 等	油类、可燃气体、电器等
四氯化碳灭火器	液态 CCL_4	电器、小范围汽油、丙酮等

注意：泡沫灭火器不能用于电线起火而引起的火灾，二氧化碳灭火器不能用于活泼金属的灭火，四氯化碳灭火器也不能用于活泼金属的灭火，因为四氯化碳与 K、Na 等发生剧烈反应甚至爆炸，电石、CS₂ 的灭火也不能用四氯化碳灭火，因为它们相互作用可产生光气一类的毒气。

触电

首先拉开电闸，切断电源，或尽快地用绝缘物（干燥的木棒、竹竿等），将触电者与电源隔开，必要时再进行人工呼吸。

割伤

先将在伤口中的异物取出，不要用水清洗伤口，轻伤者可涂以紫药水或红汞、碘酒，伤势较重时，先用酒精清洗消毒，再用纱布按住伤口压迫止血，立即送医院治疗。

烫伤

被火、高温物体或开水烫伤后，先不要用冷水冲洗或浸泡，若伤处皮肤未破，可将饱和碳酸氢钠调成糊状，敷于伤处，也可用 10% 的高锰酸钾溶液或者苦味酸溶液清洗灼伤处，涂上凡士林或烫伤膏。

灼伤

（1）酸、碱腐蚀：首先用大量的水冲洗，然后，酸腐蚀用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水、肥皂水冲洗。碱腐蚀用 1% 柠檬酸或硼酸溶液冲洗，再用清水冲洗，涂上凡士林，若手被氢氟酸腐蚀，应用水冲洗后，再以稀苏打溶液冲洗，然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半个小时，最后再敷以 20% 硫酸镁，18% 甘油，1.2% 盐酸普鲁卡因和水配成的药膏。

（2）溴、苯酚：立即用大量水洗，然后用酒精轻轻擦洗，至伤口呈白色，然后涂上甘油，若试剂溅入眼内，无论何种试剂溅入眼泪，首先采取的应急措施是用大量水冲洗，然后弄清何物进入眼中，采取相应措施，最后需要去医疗部门做进一步处理。

吸入刺激性或有毒气体

吸入 Br_2 、 Cl_2 或 HCl 气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸汽使之解毒，吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适者，应立即到室外呼吸新鲜空气。

毒物入口

将 5-10 ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中内服，然后手指伸入咽喉部，促使呕吐，再立即送医院治疗，伤势严重者，立即送医院诊治。