

高等学校教材

有机化学实验

周忠强 主编

YOUJI HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

高等学校教材

有机化学实验

周忠强 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是根据化学、应用化学、化工、材料及相关专业教学大纲中有机化学课程实验要求，在有机化学实验小量化和绿色化的指导思想下编写的。全书共选编了 55 个实验，内容包括有机化学实验一般知识，有机化学实验基本操作，基础有机合成实验，有机合成新技术实验，综合实验，天然有机化合物的提取及设计性实验七个方面。本书在实验编排上既强化传统有机实验技术的训练，也注重有机合成新技术的运用。设计性实验旨在通过文献调研、方案设计及实施等过程，提高学生的创新能力。

本书可作为化学、应用化学、化工、环境、医学、药学、生物、材料的有机化学实验课教材，也可作为从事相应专业科研人员的参考用书。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/周忠强主编. —北京: 化学工业出版社, 2015.1
高等学校教材
ISBN 978-7-122-22344-9

I. ①有… II. ①周… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 269894 号

责任编辑: 李 琰 宋林青
责任校对: 王 静

装帧设计: 王晓宇

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 刷: 北京永鑫印刷有限责任公司

装 订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 8 $\frac{1}{4}$ 字数 201 千字 2015 年 3 月北京第 1 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: 19.80 元

版权所有 违者必究

前 言

《有机化学实验》是化学、化工、医学、药学、生物、材料及相关专业的一门重要基础课程。为了适应当前有机化学实验教学的要求，编者在多年有机化学实验教学的基础上，参考兄弟院校的同类教材，在有机化学实验小量化和绿色化的指导思想下，着手编写了本教材。

本教材包括有机化学实验一般知识，有机化学实验基本操作，基础有机合成实验，有机合成新技术实验，综合性实验，天然有机化合物的提取及设计性实验七个方面的内容。近年来，超声辐射和微波辐射在有机合成中的应用发展非常迅速，为此，本教材在实验编排上既强化传统有机实验技术的训练，也注重有机合成新技术的运用。设计性实验旨在通过文献调研、方案设计及实施等过程，提高学生的创新能力。全书共 55 个实验，可供不同层次、不同需要的读者学习和选用。

参加本书编写工作的有陈连清（2.3、2.5、实验 12、实验 14、实验 21、实验 27、实验 35、实验 46、实验 48），陈玉（2.2、2.4、实验 13、实验 24、实验 45、实验 51），胡晓允（2.1、2.6、2.11、实验 16、实验 26、实验 41、实验 44、实验 53），吴腊梅（2.9、实验 18、实验 25、实验 43、实验 52），张健（2.7、实验 10、实验 22），赵新筠（第 1 章、实验 36、实验 42、实验 47），周忠强完成了其余章节的编写。全书由周忠强统一整理定稿。

本书得到了中南民族大学国家级民族药学实验教学中心和中南民族大学湖北省有机化学精品课程项目资助。

由于水平有限，本书疏漏和不妥之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者
2014 年 9 月

目 录

第 1 章 有机化学实验一般知识	1
1.1 有机化学实验室安全知识	1
1.1.1 实验室安全守则	1
1.1.2 实验室事故的预防和处理	3
1.1.3 急救常识和急救用具	5
1.2 有机化学实验常用仪器和装置	6
1.2.1 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器	6
1.2.2 有机化学实验常用装置	7
1.2.3 有机化学实验常用仪器设备	10
1.3 常用玻璃仪器的洗涤、干燥和保养	14
1.3.1 玻璃仪器的洗涤	14
1.3.2 玻璃仪器的干燥	14
1.3.3 玻璃仪器的保养	15
1.4 实验预习、实验记录和实验报告	16
1.4.1 实验预习	16
1.4.2 实验记录	16
1.4.3 实验报告	17
1.5 有机化学实验常用资料文献与网络资源	18
1.5.1 常用资料文献	18
1.5.2 网络资源	21
第 2 章 有机化学实验基本操作	24
2.1 加热和冷却	24
2.1.1 加热	24
2.1.2 冷却	25
2.2 熔点的测定	26
2.3 蒸馏	27
2.3.1 基本原理	27
2.3.2 蒸馏装置及安装	28
2.3.3 蒸馏操作	29
2.3.4 蒸馏中应注意的几个问题	30
实验 1 工业乙醇的蒸馏	31
2.4 重结晶及过滤	32
实验 2 乙酰苯胺的重结晶	33
2.5 简单分馏	35
2.5.1 基本原理	35

2.5.2 简单分馏	35
实验3 甲醇水混合物的分馏	36
2.6 减压蒸馏	37
2.6.1 基本原理	37
2.6.2 减压蒸馏装置	38
2.6.3 减压蒸馏操作	39
实验4 呋喃甲醛的减压蒸馏	39
2.7 水蒸气蒸馏	40
实验5 苯胺和1-辛醇的水蒸气蒸馏	42
2.8 萃取	43
实验6 对甲苯胺、 β -萘酚和萘的分离	45
2.9 干燥和干燥剂	46
2.9.1 固体有机化合物的干燥	46
2.9.2 常用气体的干燥	47
2.9.3 液体有机物的干燥	48
2.10 色谱法	49
2.10.1 薄层色谱	50
实验7 薄层色谱分离偶氮苯和苏丹红	52
2.10.2 柱色谱	53
实验8 柱色谱法分离荧光黄和亚甲基蓝	54
2.11 升华	55
第3章 基础有机合成实验	56
实验9 正溴丁烷	56
实验10 环己烯	57
实验11 正丁醚	58
实验12 三苯甲醇	60
实验13 环己酮	62
实验14 二苯乙醇酮	63
实验15 苯甲酸和苯甲醇	65
实验16 苯亚甲基苯乙酮	66
实验17 己二酸	67
实验18 对硝基苯甲酸	68
实验19 肉桂酸	69
实验20 邻苯二甲酸二丁酯	70
实验21 苯甲酸乙酯	71
实验22 乙酰水杨酸	73
实验23 乙酸乙酯	74
实验24 乙酰苯胺	75
实验25 甲基橙	76
实验26 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷	79
实验27 乙酰二茂铁	80

第4章 有机合成新技术实验	82
实验 28 微波辐射合成肉桂酸乙酯	82
实验 29 微波辐射合成 <i>N</i> -(2-羟乙基)-邻苯二甲酰亚胺	83
实验 30 微波辐射合成季戊四醇双缩苯甲醛	83
实验 31 超声辐射合成 1,4-萘醌	84
实验 32 超声辐射合成 2,3-环氧-1,3-二苯基-1-丙酮	85
实验 33 超声辐射合成 1,3-二苯基-3-(苯胺基)-1-丙酮	86
第5章 综合实验	88
实验 34 香豆素-3-羧酸	88
实验 35 己内酰胺	89
实验 36 对氨基苯磺酰胺的制备	91
实验 37 对氨基苯甲酸乙酯	92
实验 38 2,4-二氯苯氧乙酸	93
实验 39 外消旋 α -苯乙胺的合成与拆分	95
实验 40 酸性离子液体催化合成乙酸异戊酯	98
实验 41 (2 <i>R</i> ,3 <i>R</i>)-1,1,4,4-四苯基丁四醇	99
实验 42 2-乙酰氨基对苯二甲酸	101
实验 43 2-氨基-1,3,4-噁二唑及其水杨醛席夫碱的合成及表征	102
第6章 天然有机化合物的提取	104
实验 44 从茶叶中提取咖啡因	104
实验 45 从大黄中提取蒽醌类化合物	105
实验 46 从烟草中提取烟碱	108
实验 47 红辣椒中红色素的分离	109
实验 48 从橙皮中提取柠檬烯	110
第7章 设计性实验	113
实验 49 3,4-二氢嘧啶-2(1 <i>H</i>)-酮	113
实验 50 2,4,5-三苯基咪唑	114
实验 51 黄酮化合物 2-苯基苯并吡喃酮的合成	114
实验 52 盐酸普鲁卡因的设计合成	115
实验 53 芳香醛与芳香酮反应的化学选择性研究	116
实验 54 1-(α -乙酰氨基苄基)-2-萘酚	117
实验 55 14-苯基-14 <i>H</i> -二苯并[<i>a,j</i>]氧杂蒽	118
附录1 常用元素的相对原子质量	120
附录2 常用有机溶剂沸点、相对密度表	120
附录3 有机化学实验报告模板	121
附录4 有机化学实验常用玻璃仪器清单	125
参考文献	126

第1章 有机化学实验一般知识

1.1 有机化学实验室安全知识

由于有机化学实验室所用的药品多数是有毒、有腐蚀性、可燃、有的甚至是有爆炸性的，因此必须要注意安全。比如甲醇、硝基苯、有机磷化合物、有机锡化合物、氰化物等属于有毒药品；氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等属于强腐蚀性药品；乙醚、乙醇、丙酮和苯等溶剂是易于燃烧的；氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸属于易燃、易爆的药品；同时，有机化学实验中常使用的仪器大部分是玻璃制品，具有易碎、易裂的特点。还要使用电器设备等辅助仪器，如果使用不当也易引起触电或火灾。所以在有机实验室工作，若粗心大意就容易引发割伤、烧伤乃至火灾、中毒以及爆炸等各种事故。因此，必须充分认识到有机化学实验室是具有潜在危险的场所，从思想上重视安全问题。进入实验室前，应认真预习，对实验内容、原理、目的、实验步骤、仪器装置、实验注释及安全方面的问题有比较清楚的了解。在进行实验时也必须严格遵守正确的操作规程，加强安全措施。实验结束后，对化学药品进行规整，从而有效地避免事故的发生、维护个人和实验室的安全，确保实验能顺利完成。下面介绍有机实验室的安全规则、事故的预防和处理以及急救常识。

1.1.1 实验室安全守则

有机化学实验是有机化学药品、水、气、玻璃仪器、电器设备等多方面知识的综合应用，为了保证有机化学实验教学的正常、安全、有序地进行，培养良好的实验习惯，并保证实验室的安全，学生进入实验室时必须熟悉水、电、气和灭火器的正确使用方法，知道灭火器的摆放位置，掌握灭火、防护和急救的相关知识，同时还要严格遵守有机化学实验室的安全规则。

1.1.1.1 有机化学药品

必须分类保管、安全取用。严禁把各类化学药品任意混合，以免发生意外事故。

(1) 取用时本着节约的原则，不得随意丢弃化学药品，试剂用毕及时盖紧瓶盖。

(2) 易燃、易爆物品应远离火源，不能用明火加热。操作最好在通风橱中进行。切勿把易燃的有机溶剂倒入到废液缸中。

(3) 易燃、易挥发的溶剂不得用明火在敞口容器中或者密闭体系中加热，必须用水浴、油浴或者可调电压的电热套加热。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，以免玻璃仪器破裂引发火灾。

(4) 有毒、有腐蚀性的化学品的取用，不得接触伤口。使用和处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风橱中进行，并戴上防护用品，尽可能避免有机物蒸汽扩散到实验室内，也不得

随意倒入下水道中。取用酸、碱等腐蚀性的化学药品时必须小心，不能洒出。废酸应倒入废酸缸中，不能倒入到废碱缸中。

(5) 对某些有机溶剂如苯、甲醇、硫酸二甲酯，使用时应特别注意。因为这些有机溶剂均为脂溶性液体，不仅对皮肤及黏膜有刺激性作用，而且对神经系统也有损伤。生物碱大多具有强烈毒性，皮肤亦可吸收，少量即可导致中毒甚至死亡。因此，必须穿上工作服、戴上手套和口罩才能使用这些试剂。

(6) 实验药品均不得入口，严禁在实验室中吸烟或吃食物，实验完毕必须认真洗手。

1.1.1.2 玻璃仪器

由于有机化学实验室使用的大多数都是玻璃仪器。使用时要特别小心，否则容易产生危险。

(1) 装配玻璃仪器时，不能用力过猛或装配不当，否则会造成一定的伤害。

(2) 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。

(3) 正确处理冷凝管的支管与橡皮管的连接通水问题。避免因用力过猛导致冷凝管的支管断裂而造成伤害。

(4) 使用玻璃温度计时，要特别小心，严禁打破。一旦打破，必须立即处理，先尽可能收集散落在地上的汞滴，撒落在地面难以收集的微小汞珠应立即撒上硫黄粉，使其反应生成毒性较小的硫化汞，或喷上用盐酸酸化过的高锰酸钾溶液（1L 高锰酸钾溶液中加入 5mL 浓盐酸），过 1~2h 后再清除，或喷上 20% 三氯化铁的水溶液，干后再清除干净。切忌倒入下水道中。

(5) 常压蒸馏、回流和分馏反应，禁止采用密闭体系操作，一定要保持与大气相通。否则会由于蒸汽的冲出而发生玻璃仪器的破碎，甚至爆炸。

(6) 减压过滤样品时，避免过大的负压造成玻璃抽滤瓶的超负荷而炸裂。因此减压蒸馏时，要用圆底烧瓶作为接收器，不可用锥形瓶，否则也可能会发生炸裂。

(7) 在用分液漏斗进行萃取操作时，要及时放气，放气时要朝向无人处。

1.1.1.3 电器设备

使用电器时，应防止人体与金属导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿的物体接触电插头，防止触电。更不能让水进入到插座里导致短路。实验完毕，应先切断电源，再将电器连接的总电源插头拔下。

(1) 红外灯

烘干样品时，样品距离红外灯不能太近，以免产生的水蒸气使红外灯发生爆炸。

(2) 可调电压的电热套

严禁水进入到电热套的内部。对玻璃仪器进行加热时，一定要用抹布把外壁上沾的水擦拭干净再加热。同时要求通入冷凝水时流速要适当，以免流速过大造成水漏入到电热套的内部，而发生电线短路。

(3) 油浴加热设备

使用油浴加热时，严禁水进入到热油中而发生危险。

1.1.1.4 冷凝水

(1) 仪器安装要在操作台的正中进行，尽量靠近水源，防止通冷凝水时由于橡皮管过短而使出水口中的水流到操作台上的插座里，造成短路。

(2) 冷凝水的流速大小刚好能让冷凝水流动就行。避免流速过大时造成水的浪费，同时也避免水冲出台面发生水灾或者由于通入过大的冷凝水而导致水进入到要求无水的反应体系

中而发生危险。

(3) 用油浴加热蒸馏或回流时, 必须避免冷凝水溅入到热油浴中致使油外溅到热源上, 从而引起火灾。这主要是由于橡皮管套入冷凝管时不紧密, 开水阀过快, 水流过猛把橡皮管冲出来。所以, 要求橡皮管套入冷凝管侧管时要紧密, 开水阀时动作要慢, 使水流慢慢通入冷凝管内。

此外, 还必须遵守如下的安全规定:

- (1) 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;
- (2) 有可能发生危险的化学反应, 应采取必要的防护措施, 如戴防护手套、防护眼镜、面罩等, 甚至要在通风橱内进行。

1.1.2 实验室事故的预防和处理

有机实验室的事故多为割伤、灼伤、中毒、着火、爆炸等。要想预防事故的发生, 除了要了解有机实验室的安全知识外, 还要熟悉实验室意外事故的预防和处理。当然还要熟悉灭火消防器材、紧急淋洗装置以及洗眼器的位置和正确使用方法。

1.1.2.1 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。

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仪器的配套连接; ③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。

如果不慎发生割伤事故, 要及时处理。受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎片, 如有, 先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大, 先用蒸馏水洗净伤口, 再用 3% H_2O_2 洗, 然后涂上紫药水或碘酒, 再用绷带包扎。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, 然后及时送医院治疗。

1.1.2.2 灼伤

皮肤接触了高温, 如热的物体、火焰、蒸汽; 或者低温, 如固体二氧化碳、液态氮以及腐蚀性物质, 如强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此, 进行实验时, 要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。因此取用有腐蚀性化学药品时, 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。被酸或碱灼伤时, 应立即用大量水冲洗。酸灼伤用 5% 碳酸氢钠溶液冲洗或肥皂水处理, 最后再用水冲洗余酸; 碱灼伤用水洗后, 再用 1% 醋酸溶液或 1% 硼酸溶液冲洗余碱, 最后再用水冲洗。严重者可消毒灼伤面, 并涂上软膏, 送医院就医。被溴灼伤时, 应立即用 2% 硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色, 然后再用甘油加以按摩。如被灼热的玻璃烫伤, 不要用水冲洗烫伤处。烫伤不重时, 可涂凡士林、万花油, 然后擦一些烫伤软膏或者用蘸有酒精的脱脂棉包扎伤处; 烫伤较重时, 立即用蘸有饱和苦味酸或高锰酸钾溶液的脱脂棉或纱布包扎上, 送医务室处理。

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。

1.1.2.3 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性, 产生中毒的原因主要是由于皮肤或呼吸道接触有毒化学药品所引起的。在实验中要防止中毒, 必须做到如下几点。

(1) 对有毒药品应小心操作,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,并向使用者指出必须注意遵守的操作规程。对实验后的有毒残渣必须做妥善、有效处理,不准乱丢。

(2) 有些有毒物质会渗入皮肤,因此,药品不要沾在皮肤上,尤其是极毒的药品。使用这些有毒物质时必须穿上工作服,戴上手套,称量任何药品都应使用工具,不得用手直接接触。操作后立即洗手,切勿让有毒药品接触五官或伤口。

(3) 在反应过程中可能会产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,尽可能避免有毒蒸汽扩散在实验室内。实验过程中,应戴上防护用品,不要把头伸入通风橱内。

(4) 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。一般药品溅到手上,通常是用水和乙醇洗掉。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医院就医。

1.1.2.4 着火

预防着火要注意以下几点。

(1) 在操作易燃溶剂时,应远离火源,最好在通风橱中进行。切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器内加热。

(2) 尽量防止或减少易燃气体的外逸,倾倒时要远离火源,且注意室内通风,及时排出室内的有机物蒸汽。

(3) 易燃或易挥发物质不得倒入废液缸内。应倒入专门的回收容器中进行回收处理。

(4) 实验室不准存放大量易燃物。

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,立即熄灭附近所有火源,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。

起火时,要立即由火场的周围逐渐向中心处扑灭。同时也要防止火势蔓延(如采取切断电源、移去易燃药品等措施)。若衣服着火,切勿在实验室惊慌乱跑,应赶紧脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或立即就地打滚,或迅速以大量水扑灭。如果地面或桌面着火,若火势不大,可用淋湿的抹布、石棉布或沙子覆盖燃烧物来灭火;火势大时可使用泡沫灭火器。如果油类着火,要用沙或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。如遇电线走火,应立即切断电源,切勿用水或导电的酸碱泡沫灭火器灭火,要用沙或二氧化碳灭火器灭火。如果电器着火,切勿用水泼。首先应先切断电源,然后再用四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳蒸汽有毒,在空气不流通的地方使用有危险!)。如果反应瓶内有机物发生着火,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭;必要的时候可以使用灭火器。

1.1.2.5 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,难以控制都有可能引起爆炸。

为了防止爆炸事故,应注意以下几点。

(1) 一些本身容易爆炸的化合物,如硝酸盐类、硝酸酯类、三碘化氮、芳香族多硝基化合物、乙炔及其重金属盐、重氮盐、叠氮化物、有机过氧化物等化学药品不能随便混合。氧化剂和还原剂的混合物在受热、摩擦或撞击时也会发生爆炸。如过氧乙醚和过氧酸等,在受

热或被敲击时会发生爆炸。强氧化剂与一些有机化合物接触，如乙醇和浓硝酸混合时会发生猛烈的爆炸反应。

(2) 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。

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

(4) 使用易燃、易爆物（如氢气、乙炔和过氧化物），要保持室内空气畅通，严禁明火。使用乙醚时，必须检验是否有过氧化物存在，如果发现有过氧化物存在，应立即用硫酸亚铁除去过氧化物后才能使用。

(5) 反应过于猛烈时，要根据不同情况采取冷冻或控制加料速度等措施避免爆炸的发生。必要时可设置防爆屏。

1.1.3 急救常识和急救用具

万一发生意外事故，切莫惊慌失措，应沉着冷静地利用所掌握的消防知识应对处理。一定要熟悉安全器具的放置地点和使用方法，并妥善保管。急救药品和器具是专供急救用，不准挪作他用或者擅自改变放置位置。

1.1.3.1 灭火器

有机化学实验室一般不用水灭火。因为水能和一些化学药品（如钠）发生剧烈的反应。用水灭火会引起更大的火灾甚至爆炸。而且大多数有机溶剂不溶于水且比水轻，用水灭火时有机溶剂会浮在水的上面，反而扩大火场。在多数情况下可以使用灭火器灭火。干沙和石棉布也是实验室经济常用的灭火材料。下面介绍实验室必备的几种灭火器材。

常用的灭火剂有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火剂等。二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器。灭火器内贮有压缩的二氧化碳。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，除非万不得已，最好不用这两种灭火器。

1.1.3.2 紧急冲淋洗眼装置和淋洗装置

当眼睛或者身体接触有毒有害或者具有其他腐蚀性化学物质时，这些设备对眼睛和身体可以进行紧急冲洗或者冲淋，避免化学物质对人体造成进一步伤害。但是这些设备只是对眼睛和身体进行初步的处理，不能代替医学治疗。情况严重的，必须尽快进行进一步的医学治疗。当发生意外伤害事故时，通过这些装置的快速喷淋、冲洗，把伤害程度减轻到最低限度。因此必须事先了解这两个装置的使用方法，一旦化学药品溅入眼内，立即用大量水缓缓彻底冲洗。洗眼时要保持眼皮张开，可由他人帮助翻开眼睑，持续冲洗 15 分钟。忌用稀酸中和溅入眼内的碱性物质，反之亦然。对因溅入碱金属、溴、磷、浓酸、浓碱或其他刺激性物质造成的眼睛灼伤者，急救后必须迅速送往医院检查治疗。

1.1.3.3 实验室常用的医药箱

医药箱中包含急救药品和急救用具。其中常见的急救药品有碘酒、双氧水、饱和硼砂溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、2%硫代硫酸钠溶液、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。常用的急救用具有：洗眼杯、消毒脱脂棉、棉签、纱布、胶布、绷带、创可贴、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.1.3.4 其他的安全器具

除了上面所述的安全器具外，有机化学实验室还需具备砂、石棉布、毛毡、棉胎等作为灭火用具。

1.2 有机化学实验常用仪器和装置

1.2.1 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器是具有标准化磨口或磨塞的玻璃仪器。由于仪器口塞尺寸的标准化、系统化、磨砂密合，凡属于同类规格的接口，均可任意连接，各部件能组装成各种配套仪器，与不同类型规格的部件无法直接组装时，可使用转换接头连接，使之在有机实验室得到广泛的应用。标准接口玻璃仪器，均按国际通用的技术标准制造，当某个部件损坏时，可以选购一个新的同型号的仪器部件进行代替。使用标准磨口玻璃仪器，既可免去配塞子的麻烦手续，又能避免反应物或产物被塞子玷污的危险，口塞磨砂性能良好，使密合性可达较高真空度，对蒸馏尤其减压蒸馏有利，对毒物或挥发性液体的实验较为安全。标准接口仪器的每个部件在其口塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志，表明规格。常用的有10，12，14，16，19，24，29，34，40等。有的标准接口玻璃仪器有两个数字，如10/30，10表示磨口大端的直径为10mm，30表示磨口的高度为30mm。图1.1是有机实验室常用的标准磨口玻璃仪器。

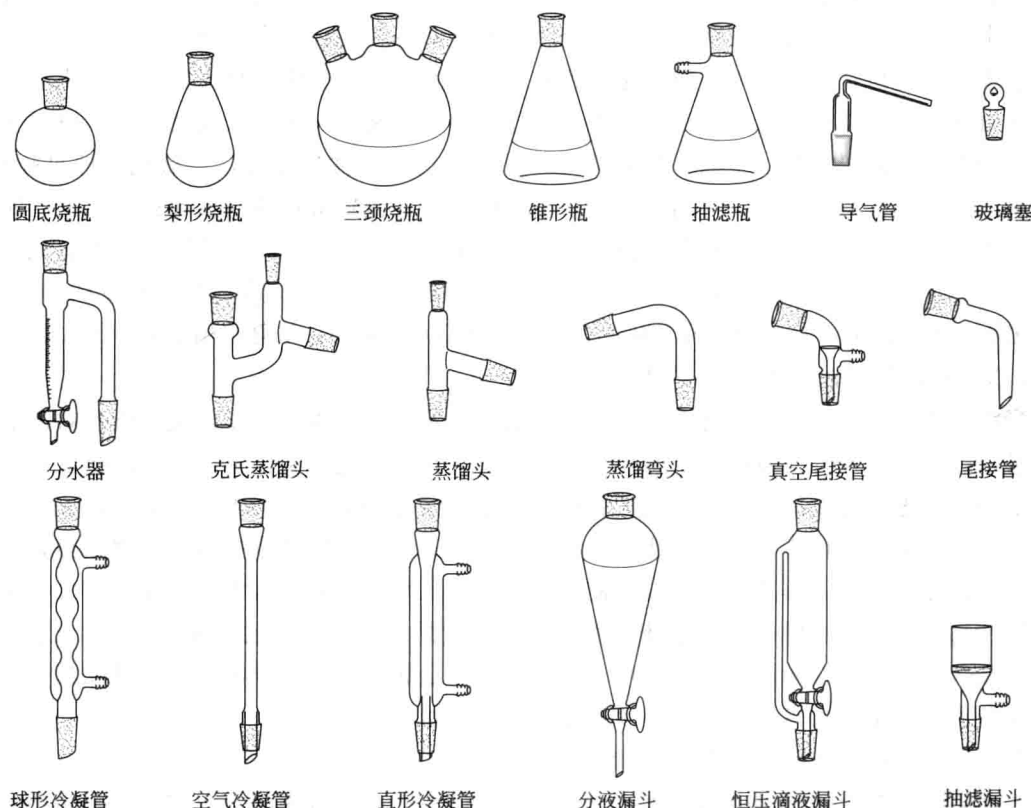


图 1.1 有机实验常用的标准磨口玻璃仪器

1.2.2 有机化学实验常用装置

1.2.2.1 回流装置

当有机化学反应需要在反应体系的溶剂或反应物的沸点附近进行时需回流装置。图 1.2(a) 适用于一般的反应体系；图 1.2(b) 适用于需要防潮的回流体系；图 1.2(c) 适用于产生有害气体（如溴化氢、氯化氢、二氧化硫等）的反应体系；图 1.2(d) 适用于边滴加边回流的反应体系；图 1.2(e) 适用于回流分水装置；图 1.2(f) 适用于监测反应温度的回流分水装置。

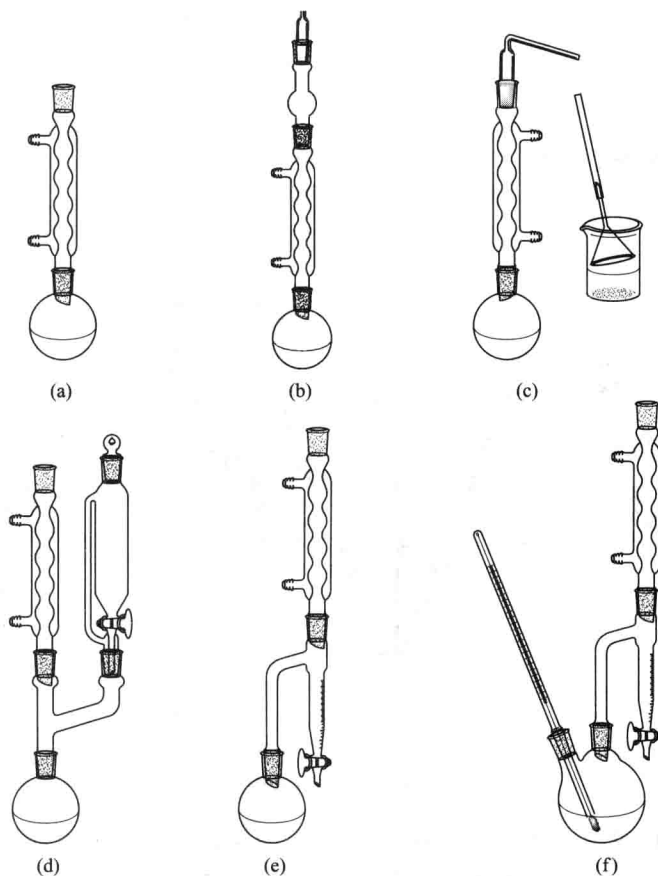


图 1.2 有机实验常用的回流装置

1.2.2.2 蒸馏装置

用蒸馏法分离和提纯液体有机化合物时需要使用蒸馏装置。图 1.3(a) 是带直形冷凝管的蒸馏装置，是最常用的一种蒸馏装置。它适用于低沸点物质的蒸馏（沸点 $< 140^{\circ}\text{C}$ ），既可在尾部侧管处连接干燥管，用作防潮蒸馏，也可连上橡皮管把易挥发的低沸点馏出物（如乙醚）的尾气导向水槽或室外。图 1.3(b) 是带空气冷凝管的蒸馏装置，适用于蒸馏高沸点物质（沸点 $> 140^{\circ}\text{C}$ ）。

1.2.2.3 搅拌装置

如果反应在互不相溶的两种液体或固液两相的非均相体系中进行，或其中一种原料需逐渐滴加进料时，必须使用搅拌装置。搅拌方式有两种，机械搅拌和磁力搅拌。图 1.4 中的搅拌类型为机械搅拌。图 1.4(a) 适用于搅拌下滴加回流的反应；图 1.4 中的 (b) 适用于搅

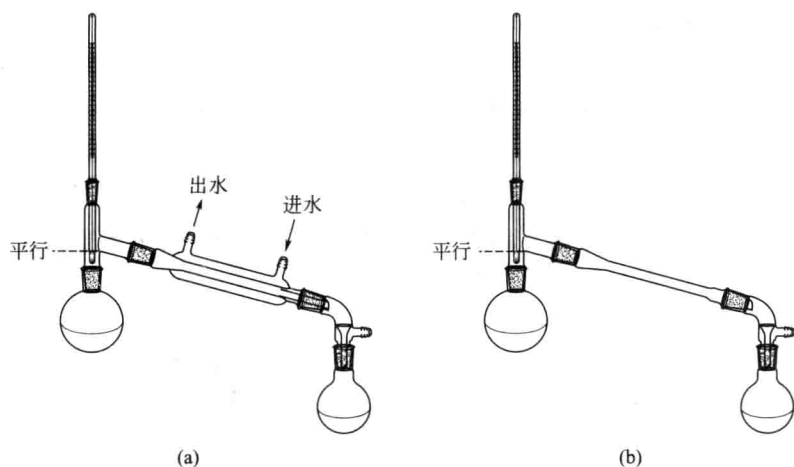


图 1.3 有机实验常用的蒸馏装置

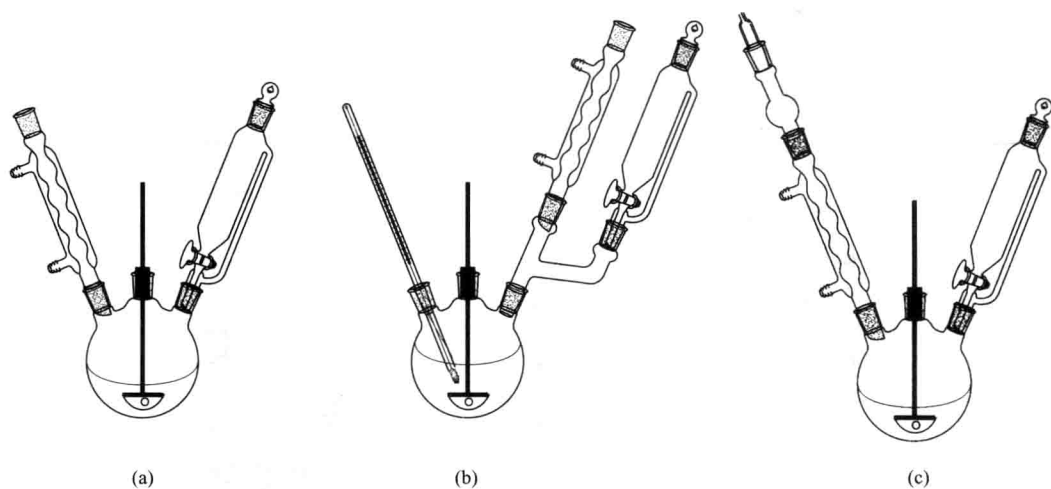


图 1.4 有机实验常用的机械搅拌装置

拌下滴加并需测温的反应；图 1.4 中的 (c) 是带回流、滴加、干燥管的搅拌装置。在反应原料较少的情况下，也可以根据实验的需要，选用磁力搅拌装置代替机械搅拌装置。

1.2.2.4 水蒸气蒸馏装置

水蒸气蒸馏是进行分离和提纯有机物质的一种常用方法。目前实验室的水蒸气蒸馏装置由水蒸气发生装置、安全玻璃管、蒸馏烧瓶、冷凝管、接收瓶等几个玻璃部件组成。图 1.5 为简单的水蒸气蒸馏装置，适用于产物或杂质与水不混溶，沸点高，高温易分解，能与水共沸的有机物的分离、纯化。

1.2.2.5 减压蒸馏装置

液体的沸点是指它的蒸气压等于外界压力时的温度，外界压力降低时，其沸腾温度随之降低。在蒸馏操作中，一些有机物加热到其正常沸点附近时，会由于温度过高而发生氧化、分解或聚合等反应，使其无法在常压下蒸馏。如果借助于真空泵降低系统内的压力，就可以在比这类有机物正常沸点低得多的温度下进行蒸馏。减压蒸馏是分离和提纯有机化合物的常用方法，主要应用于以下情况：①纯化高沸点液体；②分离或纯化在常压沸点温度下易于分

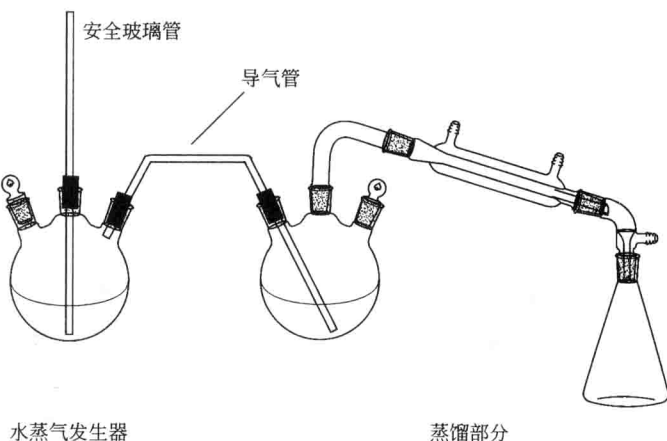


图 1.5 简单的水蒸气蒸馏装置

解、氧化或发生其他化学变化的液体；③分离在常压下因沸点相近而难于分离，但在减压条件下可有效分离的液体混合物；④分离纯化低熔点固体。

实验室减压蒸馏装置主要由蒸馏、抽气（减压）、安全保护和测压四部分组成。蒸馏部分由蒸馏瓶、克氏蒸馏头、毛细管、温度计及冷凝管、接收器等组成。抽气部分常见的减压泵有水泵、油泵和微型薄膜泵。安全保护部分一般有安全瓶。若使用油泵，还必须有冷阱（冰-水、冰-盐或者干冰）及分别装有粒状氢氧化钠、无水氯化钙、石蜡片及活性炭或硅胶等吸收干燥塔，以避免低沸点溶剂、特别是酸和水蒸气进入油泵而降低泵的真空效能。图 1.6 为简易的减压蒸馏装置。

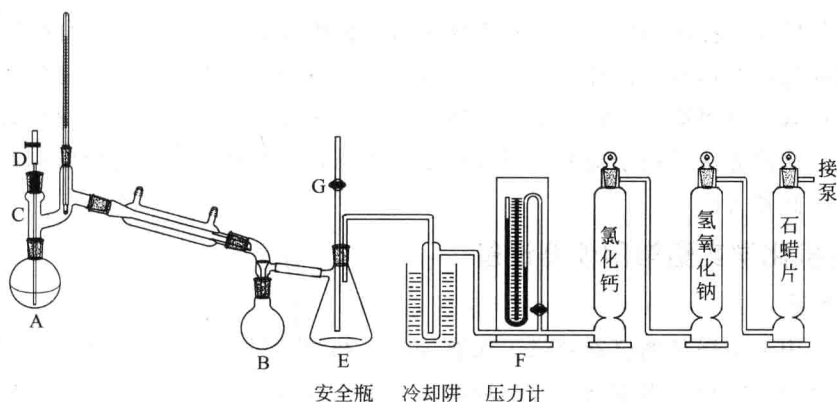


图 1.6 简易的减压蒸馏装置

1.2.2.6 分馏装置

分馏是分离提纯沸点很接近的有机液体混合物的一种很重要的方法。装置如图 1.7 所示。它是根据混合液沸腾后蒸汽进入分馏柱中被部分冷凝，冷凝液在下降途中与继续上升的蒸汽接触，二者进行热交换，蒸汽中高沸点组分被冷凝，低沸点组分仍呈蒸汽上升，而冷凝液中低沸点组分受热汽化，高沸点组分仍呈液态下降。结果是上升的蒸汽中低沸点组分增多，下降的冷凝液中高沸点组分增多。如此经过多次热交换，就相当于连续多次的普通蒸馏。以致低沸点组分的蒸汽不断上升，而被蒸馏出来；高沸点组分则不断流回蒸馏瓶中，从而将它们分离。

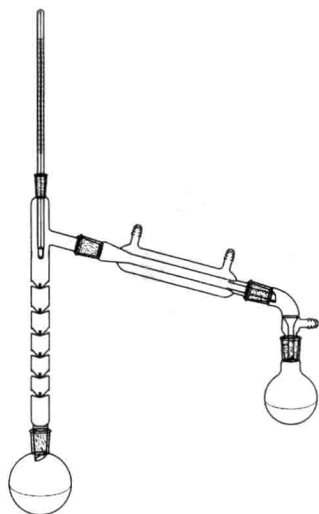


图 1.7 简易的分馏装置

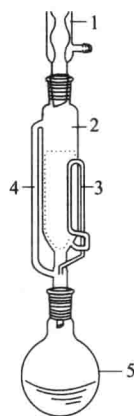


图 1.8 简易的索氏提取装置

1—回流冷凝管；2—提取筒；3—虹吸管；
4—连接管；5—圆底烧瓶

1.2.2.7 索氏提取装置

利用溶剂回流及虹吸原理，使固体物质连续不断地被纯溶剂提取，既节约溶剂，又提高了效率。图 1.8 是简易的索氏提取装置。提取前先将固体物质研碎，以增加固液接触的面积。然后将固体物质放在滤纸套内，置于提取筒 2 中，提取筒的下端与盛有溶剂的圆底烧瓶 5 相连接，上面接回流冷凝管 1。加热圆底烧瓶 5，使溶剂沸腾，蒸汽通过提取器的连接管 4 上升，被冷凝后滴入提取筒中，溶剂和固体接触进行提取，当溶剂面超过虹吸管 3 的最高处时，含有提取物的溶剂虹吸回烧瓶，因而提取出一部分物质，如此重复，使固体物质不断为纯的溶剂所提取，将提取出的物质富集在烧瓶中。溶剂反复利用，缩短了提取时间，所以提取效率较高。这种方法适用于提取溶解度较小的物质，但当物质受热易分解和萃取剂沸点较高时，不宜用此种方法。

1.2.3 有机化学实验常用仪器设备

1.2.3.1 烘箱

烘箱主要用来干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性比较好的药品，如变色硅胶等。挥发性易燃物或用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器不能放入烘箱内，以免发生爆炸。烘箱一般都有鼓风和自动控温的功能。使用时应注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器时应先将其沥干，当无水滴下时再放入烘箱，升温加热时将温度控制在 $100\sim 120^{\circ}\text{C}$ 左右，在指示灯明灭交替处即为恒温定点。实验室中的烘箱是公用仪器，往烘箱里放玻璃仪器时应由上而下依次放入，以免残留的水滴流下使下层已烘热的玻璃仪器炸裂。取出烘干后的仪器时，应使用棉手套，防止烫伤。取出后不能接触冷水，以防炸裂。取出后的热玻璃器皿，若任其自行冷却，则器壁常会凝聚水汽。可用电吹风吹入冷风助其冷却。

1.2.3.2 旋转蒸发器

旋转蒸发器是由电机带动可旋转的蒸发器（如圆底烧瓶或者梨形瓶）、冷凝器、接收器或减压泵组成，如图 1.9 所示。可以在常压或减压下操作，连续蒸馏大量易挥发性溶剂。尤