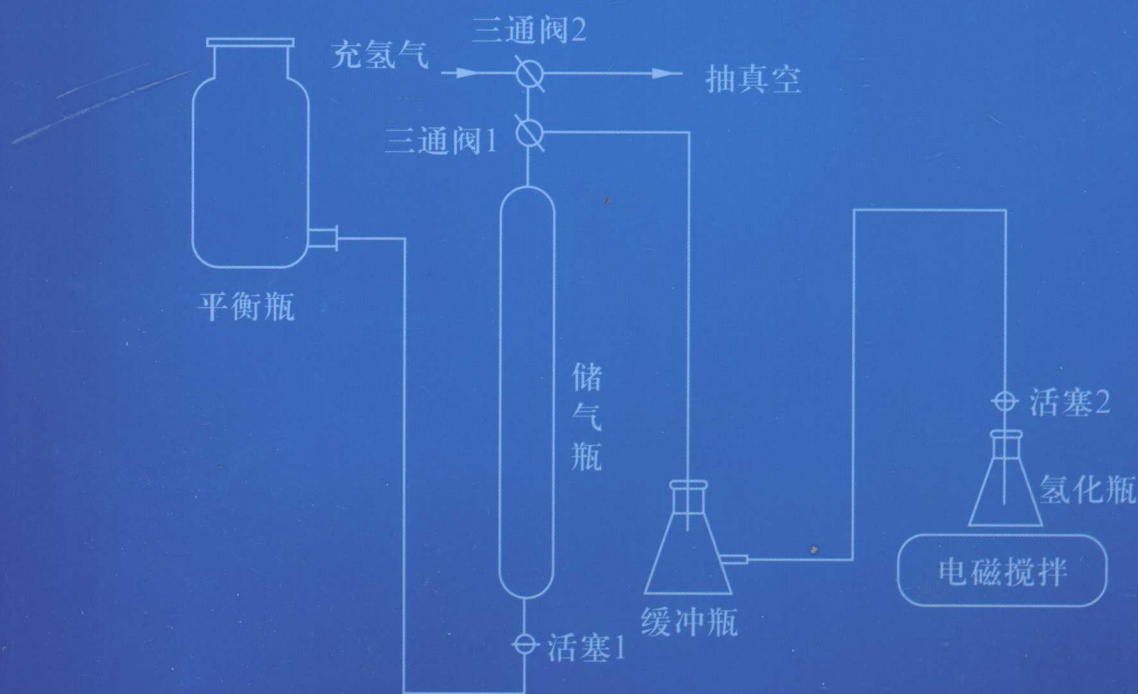


清华大学化学类教材

基础有机化学实验

阴金香 编著



清华大学化学类教材

基础有机化学实验

阴金香 编著

清华大学出版社
北京

内 容 简 介

本书为清华大学教材。全书共分7章,主要内容包括有机化学实验基本知识与方法;有机化合物物理常数测定,以及红外、核磁、质谱等常用的结构鉴定方法;有机化合物分离提纯方法与技术;基本操作实验、有机化合物的制备与合成实验及有机化合物性质与官能团测试实验,共选择了116个实验。实验分成了不同的层次和类型,由浅入深,循序渐进,便于使用者学习和教师安排。并介绍了常用有机溶剂的纯化与干燥方法。

本书可作为高等院校理工科类化学及相关专业的教材和参考书,也可供相关专业科研人员使用和参考。

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

图书在版编目(CIP)数据

基础有机化学实验/阴金香编著.--北京:清华大学出版社,2010.8

(清华大学化学类教材)

ISBN 978-7-302-22893-6

I. ①基… II. ①阴… 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(2010)第099886号

责任编辑:柳萍

责任校对:赵丽敏

责任印制:王秀菊

出版发行:清华大学出版社

<http://www.tup.com.cn>

社总机:010-62770175

投稿与读者服务:010-62776969, c-service@tup.tsinghua.edu.cn

质量反馈:010-62772015, zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn

地址:北京清华大学学研大厦A座

邮编:100084

邮购:010-62786544

印刷者:北京市人民文学印刷厂

装订者:三河市兴旺装订有限公司

经销:全国新华书店

开本:185×260 印张:25.25 字数:646千字

版次:2010年8月第1版 印次:2010年8月第1次印刷

印数:1~4000

定价:39.00元

前 言

本书与清华大学化学系教学实验中心编写的《基础无机化学实验》、《基础分析化学实验》及《基础物理化学实验》形成系列化学实验教材。近年来随着化学学科研究的迅速发展,对教学实验提出了更高的要求,目前的教学体系和实验内容、仪器等与10年前相比已有了很大发展和改变。

本书共分为7章,包含了有机化学基础理论大部分实验内容和实验的基本操作。第1章有机化学实验基本知识与方法,重点介绍实验室规则和安全、实验室常用仪器和设备、常用数据的查找、文献检索与网络资源,以及实施有机化学反应所需要的方法。第2章有机化合物物理常数测定及结构鉴定,介绍有机化合物物理常数,如沸点、熔点、折射率等的测定方法;以及红外、核磁、质谱等常用的结构鉴定方法。第3章介绍有机化合物分离提纯方法与技术。第4章基本操作实验,主要是将第2、第3章中的有关实验集中到本章,通过总结、提炼更便于学生自学,同时也便于不同学时教学的安排。第5章有机化合物的制备与合成实验,分3个层次,即基本合成实验、多步合成与综合性实验、研究型设计性实验。第6章有机化合物性质与官能团的化学测试实验,本章参考了近年来国外优秀专业教材和文献编写而成,对一些化合物新的性质进行了较为详细的描述,并且对部分实验进行了验证,内容新颖独特。第7章常用有机溶剂的纯化与干燥,提供了常用溶剂的纯化手段。附录包括化学中常见的英文缩写、常用有机化合物的物理常数、部分共沸混合物的性质、一些常用有机化合物的蒸气压、官能团特征红外吸收频率和典型有机官能团 $^1\text{H NMR}$ 的化学位移值,供读者查阅参考。

本教材在编写过程中,坚持以基本训练为主,为学生进一步学习打下良好的基础。适当增加综合性、研究型设计性实验,由浅入深,循序渐进,增强了本教材的可读性和可授性。教材中研究型设计性实验是结合当前有机化学领域和学科交叉的研究热点,由我们自己开发转化而成,已为6届学生开出,此实验的开出受到学生的一致欢迎和好评。本书共116个实验包含了大部分基本有机化学反应类型,并且对这些反应类型的特点和应用加以简单介绍,使学生在学习实验的同时,对反应和化合物有进一步的了解,更好地与理论学习结合起来。

本教材的出版是作者本人和清华大学化学系有机化学实验室的同事们10多年教学经验的结晶,是我们励志教学实验改革的成果。

清华大学化学系李兆陇教授对全书进行了审核。在本书编写过程中,李广涛教授给予了大力支持和帮助,并且提出了很好的建议和意见。在成书过程中,林天舒高级实验师提出了很多宝贵的意见。林天舒高级实验师和助教王楠楠、胡君、吴义广、杨永冲、张永铭、徐丹、蔡辉、朱伟等参加了部分实验的改编和试做工作。SRT学生张一飞、林晨、曾行、周优、吴永炜、傅源、优伟、刘韬等参加了部分实验的开发工作。在此一并表示感谢。

作者衷心感谢多年来一直关注和支持我们工作的清华大学教师李艳梅教授、王芹珠教授、杨增家教授和邢玉芳教授,衷心感谢清华大学出版社柳萍编辑在本书编写和出版过程中给予的支持和帮助。

由于编者水平有限,书中错误在所难免,在此恳请读者和同行给予最真挚的批评指正。

阴金香

2010年3月于清华园

目 录

第 1 章 有机化学实验基本知识与方法	1
1.1 有机化学实验必备知识	1
1.1.1 实验室规则	1
1.1.2 实验室安全	2
1.1.3 实验报告的书写方法	4
1.1.4 常用数据的查找、文献检索与网络资源	9
1.2 有机化学实验中常用仪器和设备	18
1.2.1 常用玻璃仪器及工具	18
1.2.2 常用反应装置	21
1.2.3 仪器的选择、搭装与拆卸	22
1.2.4 玻璃仪器的清洗与干燥	23
1.2.5 简单玻璃用品的制作及与塞子的连接	23
1.2.6 常用电器设备	25
1.2.7 其他设备	27
1.3 反应实施方法	28
1.3.1 加热	29
1.3.2 冷却	30
1.3.3 微波	31
第 2 章 有机化合物物理常数测定及结构鉴定	35
2.1 有机化合物物理常数测定	35
2.1.1 熔点及其测定	35
2.1.2 沸点及其测定	43
2.1.3 温度计的校正	45
2.1.4 折射率及其测定	46
2.1.5 旋光度及其测定	50
2.2 有机化合物的结构鉴定	53
2.2.1 概述	53
2.2.2 红外光谱	54
2.2.3 核磁共振	65
2.2.4 质谱法	74
第 3 章 有机化合物分离提纯方法与技术	81
3.1 蒸馏与分馏	81

IV 基础有机化学实验

3.1.1	双组分溶液的气液相平衡	81
3.1.2	常压蒸馏	83
3.1.3	简单分馏	86
3.1.4	减压蒸馏	89
3.1.5	恒沸蒸馏	93
3.1.6	水蒸气蒸馏	94
3.2	萃取	98
3.2.1	液液萃取	98
3.2.2	固液萃取	105
3.3	干燥	106
3.3.1	液体干燥	107
3.3.2	固体干燥	110
3.3.3	气体干燥	111
3.4	重结晶	112
3.5	升华	116
3.6	色谱分离技术	118
3.6.1	色谱分离技术的发展与原理	119
3.6.2	柱色谱	120
3.6.3	薄层色谱	124
3.6.4	纸色谱	127
3.6.5	气相色谱	129
3.6.6	高压液相色谱	131
第4章	基本操作实验	133
4.1	常压蒸馏与分馏、常量法测沸点和折射率	133
实验1	常压蒸馏及常量法测沸点	133
实验2	简单分馏	134
实验3	折射率的测定	135
4.2	减压蒸馏	136
实验4	减压蒸馏乙二醇(半微量法)	137
实验5	减压蒸馏乙酰乙酸乙酯(微量法)	138
4.3	水蒸气蒸馏	139
实验6	粗萘的水蒸气蒸馏	139
实验7	苯胺的水蒸气蒸馏	140
4.4	重结晶及熔点测定	141
实验8	呋喃甲酸粗品的重结晶(微量法)	141
实验9	对氨基苯甲酸粗品的重结晶(常量法)	142
实验10	粗萘的混合溶剂重结晶	143
实验11	显微熔点仪熔点测定法	144
实验12	毛细管熔点测定法	146

4.5	萃取分离	147
	实验 13 分离苯甲酸和萘的混合物	147
	实验 14 三组分混合物的分离(设计性实验)	149
	实验 15 连续萃取法提取咖啡因(固液萃取法)	150
4.6	升华	150
	实验 16 升华提纯咖啡因	151
4.7	色谱分离	152
	实验 17 薄层色谱分离绿色植物中的色素	152
	实验 18 柱色谱分离碱性品红与酸性品红	154
	实验 19 去痛片组分的分离(设计性实验)	155
第 5 章	有机化合物的制备与合成实验	157
5.1	基本合成实验	157
5.1.1	卤代烃的制备与合成	157
	实验 20 正溴丁烷的合成	157
	实验 21 溴乙烷的合成	159
	实验 22 2-氯丁烷的合成	161
5.1.2	格氏反应	162
	实验 23 2-甲基-2-己醇的合成	163
	实验 24 3-己醇的合成	165
	实验 25 2-甲基丁酸的合成	166
5.1.3	付氏反应	168
	实验 26 苯乙酮的合成	169
	实验 27 二苯甲酮的合成	171
	实验 28 2-丙基对二甲苯的合成	172
5.1.4	羧酸及其衍生物的制备	174
	实验 29 戊酸的合成	175
	实验 30 3-噻吩甲酸的合成	176
	实验 31 肉桂酸的合成	177
	实验 32 乙酸正丁酯的合成	179
	实验 33 苯甲酸乙酯的合成	181
	实验 34 乙酰水杨酸的合成	183
	实验 35 苯甲酸丁酯的合成	184
	实验 36 邻氯苯甲酰氯的合成	185
	实验 37 对乙酰氨基苯磺酰氯的合成	187
	实验 38 DL-10-樟脑磺酰氯的合成	188
	实验 39 乙酰苯胺的合成	189
	实验 40 ϵ -己内酰胺的合成	192
5.1.5	醚的制备与合成	194
	实验 41 正丁醚的合成	195

实验 42 苯乙醚的合成	197
5.1.6 坎尼扎罗反应	199
实验 43 呋喃甲酸与呋喃甲醇的合成	199
实验 44 苯甲酸与苯甲醇的合成	201
实验 45 对氯苯甲酸与对氯苯甲醇的合成	202
5.1.7 Diels-Alder 反应	205
实验 46 双环[2.2.1]-2-庚烯-5,6-二酸酐的合成	206
实验 47 3,6-内氧桥-4-环己烯二甲酸酐的合成	208
5.1.8 重氮化反应	209
实验 48 对氯甲苯的合成	209
实验 49 甲基橙的制备	211
5.1.9 氧化还原反应	213
实验 50 环己酮的合成	214
实验 51 偶氮苯的合成	217
实验 52 偶氮苯的光异构化反应	218
实验 53 9-苄醇的合成	219
5.1.10 羟醛缩合反应	221
实验 54 苯叉丙酮的合成	222
实验 55 苯亚甲基苯乙酮的合成	223
实验 56 二苯叉丙酮的合成	224
实验 57 反-对甲氧基苯叉苯乙酮的合成	225
5.2 多步合成与综合性实验	227
5.2.1 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的多步合成	227
实验 58 环己烯的合成	228
实验 59 三乙基苄基氯化铵的合成	229
实验 60 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成	230
5.2.2 4-苯基-2-丁酮亚硫酸氢钠加成物的多步合成	231
实验 61 乙酰乙酸乙酯的合成	232
实验 62 4-苯基-2-丁酮的合成	234
实验 63 4-苯基-2-丁酮亚硫酸氢钠加成物的合成	235
5.2.3 正丁基巴比妥酸的多步合成	236
实验 64 正丁基丙二酸二乙酯的合成	236
实验 65 5-正丁基巴比妥酸的合成	238
5.2.4 以安息香为原料的多步合成	239
实验 66 安息香的合成	239
实验 67 二苯基乙二酮的合成	241
实验 68 二苯基乙醇酸的合成	242
5.2.5 二茂铁及其衍生物的合成与柱色谱分离	243
实验 69 二茂铁的合成	244
实验 70 乙酰基二茂铁和二乙酰基二茂铁的合成及柱色谱分离	246

5.2.6	魏梯希反应	248
实验 71	1,4-二苯基-1,3-丁二烯的合成	248
实验 72	(<i>E</i>)-1,2-二苯乙烯和(<i>Z</i>)-1,2-二苯乙烯的合成	250
5.2.7	其他类型综合性实验	253
实验 73	氢化肉桂酸(3-苯基丙酸)的合成	253
实验 74	鲁米诺的制备与性质实验	255
实验 75	环己烷杯[4]吡咯的合成	258
5.2.8	高分子聚合物	260
实验 76	聚苯乙烯的制备	260
实验 77	聚邻苯二甲酸乙二醇酯的制备	262
实验 78	聚乙烯醇缩甲醛的合成	263
5.2.9	离子液体与表面活性剂	264
实验 79	溴化 <i>N</i> -十六烷基- <i>N'</i> -甲基咪唑的合成	265
实验 80	十二烷基硫酸钠的合成	267
实验 81	十二烷基二甲基甜菜碱的合成	268
5.2.10	天然产物的提取与分离	269
实验 82	咖啡因的提取与提纯	269
实验 83	从番茄酱中提取番茄红素和 β -胡萝卜素	272
实验 84	绿色植物中色素的提取和分离	274
实验 85	云香苷的提取与鉴定	277
实验 86	从中草药黄连中提取黄连素	279
5.3	研究型与设计性实验	281
实验 87	四氢吡啶及吡啶合成方法的研究	281
实验 88	吡啶并吡啶合成方法的研究	283
实验 89	四氢吡啶酮合成方法的研究	285
实验 90	<i>N</i> -乙酸吡啶的合成与金属配合物的研究	287
实验 91	<i>N</i> -溴代烷基吡啶合成方法的研究	290
实验 92	2-羟基-4-正辛氧基二苯甲酮的合成研究	292
实验 93	利用 Wittig 与 Wittig-Horner 方法合成烯烃	293
实验 94	不同取代基杯[4]吡咯合成方法及其性质研究	294
实验 95	有机-无机介孔材料的制备与性能表征	297
第 6 章	有机化合物性质与官能团测试实验	299
6.1	碳氢化合物——烯烃、炔烃、芳香烃	299
实验 96	烯烃的性质鉴定	299
实验 97	乙炔的制备与炔烃的性质鉴定	303
实验 98	芳香烃的性质鉴定	305
6.2	卤代烃	307
实验 99	卤代烷与 AgNO_3 -乙醇溶液反应	308
实验 100	卤代烷与 NaI -丙酮溶液反应	309

VIII 基础有机化学实验

6.3	醇、酚、醚	311
	实验 101 醇的性质鉴定	312
	实验 102 酚的性质鉴定	320
	实验 103 醚的性质鉴定	323
6.4	醛、酮	325
	实验 104 醛、酮的共性反应	325
	实验 105 区别醛、酮的反应	329
6.5	羧酸及其衍生物	332
	实验 106 羧酸的性质鉴定	332
	实验 107 羧酸衍生物的性质鉴定	333
6.6	胺基与硝基化合物	338
	实验 108 用 Hinsberg 法区分伯胺、仲胺、叔胺	338
	实验 109 胺类化合物与亚硝酸的反应	341
	实验 110 脂肪族仲胺和伯胺的鉴别	345
	实验 111 硝基化合物的性质鉴定	347
6.7	碳水化合物	349
	实验 112 糖生成糠醛及其衍生物的性质鉴定	349
	实验 113 碳水化合物的氧化反应	351
	实验 114 碳水化合物的其他性质鉴定	353
6.8	氨基酸、蛋白质	355
	实验 115 氨基酸的性质鉴定	355
	实验 116 蛋白质的显色反应	357
第 7 章	常用有机溶剂的纯化与干燥	359
附录 1	化学中常见的英文缩写	368
附录 2	常用有机化合物的物理常数	369
附录 3	部分共沸混合物的性质	374
附录 4	一些常用有机化合物的蒸气压	376
附录 5	官能团特征红外吸收频率	377
附录 6	典型有机官能团¹H NMR 的化学位移值	386
附录 7	常用酸碱溶液的相对密度及组成	388
主要参考文献	392

第1章 有机化学实验基本知识与方法

任何一门科学的形成都来源于实践,尤其是化学,化学是一门实践性很强的科学。有机化学是化学学科中很重要的一个分支,要想学好有机化学必须做好有机化学实验,否则有机化学只是学好了一半。本课程的目的就是培养学生掌握有机化学实验的基本知识和基本技能,并能综合地运用它们。

1.1 有机化学实验必备知识

1.1.1 实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,学生必须遵守下列规则:

(1) 在进入实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应该注意的事项及有关的操作要求,掌握实验室安全和紧急救护的常识。

(2) 进入实验室后首先要了解实验室的布局,水、电、气阀门的位置。消防器材、洗眼器、紧急喷淋装置的位置和使用方法。药品、玻璃仪器及实验中所用到的公用物品的存放位置。

(3) 进入实验室应穿实验服,不能穿拖鞋、背心等身体暴露过多的服装进入实验室,根据实验需要佩戴防护镜。实验室内不能吸烟、吃东西、打电话等。书包、衣服等物品应放在老师指定的地方或衣柜中。

(4) 做实验之前,要认真预习实验内容及相关资料,写好实验预习报告,才可以进入实验室做实验。

(5) 做实验时,应先将实验装置搭装好,经指导老师检查合格后,才能进行下一步操作。在操作前,应想好每一步操作的目的、意义,实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

(6) 实验中要严格按操作规程操作,如要改变必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象,如实做好记录。实验完成后,指导老师要登记实验结果,并将产品回收统一保管。课后,按时写出符合规范的实验报告。

(7) 在实验过程中不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。损坏玻璃仪器应如实填写破损单。温度计破损后,首先应将洒落的水银全部收到专门的回收容器中,再在原处撒上硫磺粉覆盖,最后将覆盖过水银的硫磺粉统一回收处理。实验中出现意外及时请示老师或助教协助处理,学生不得私自重做实验。

(8) 实验中要保持实验室的环境卫生,公用仪器用完后放回原处。取完药品及时将容器的盖子盖好,液体药品在通风橱中量取,固体药品在称量台上称取。

(9) 废液应倒入专门回收容器内(易燃液体除外),固体废物(如沸石、棉花等)应倒在垃圾

桶内,不要倒在水池中,以免堵塞。

(10) 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,仪器洗、挂、放好,拔掉电源插头。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生待做完值日后,再请指导老师检查、签字。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

1.1.2 实验室安全

在有机化学实验中经常要用到一些有毒有害、易燃易爆、腐蚀性较强的化学药品(如乙醚、苯、硫酸、盐酸、氢氧化钠等)。虽然我们在选择实验时,尽量选用毒性较低,比较安全的溶剂和试剂,但是当大量使用时也要注意。因此,在实验中防止火灾、爆炸事故的发生是非常重要的。同时,在实验中还要使用易碎的玻璃仪器和电器设备进行操作。因此,安全用电和防止割伤、灼伤事故的发生也非常重要。

1) 防火

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂,加热方法不正确等,均可引起着火。为了防止着火,在实验中应注意:不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。如对沸点低于 80°C 的液体,在蒸馏时,应采用水浴,不能直接用明火加热。尽量防止或减少易燃气体的外逸。处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出。易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中,应专门回收处理。实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。有煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气。

一旦发生着火,应沉着镇静地及时采取正确措施,控制事故的扩大。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发生更强烈的反应而引起更大的事故。小火可用湿布或石棉布盖熄,火势较大时,应用灭火器扑救。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。

目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准着火点,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、电器及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,还可用砂子扑救,但容器内着火不易使用砂子扑救。

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。

2) 防爆

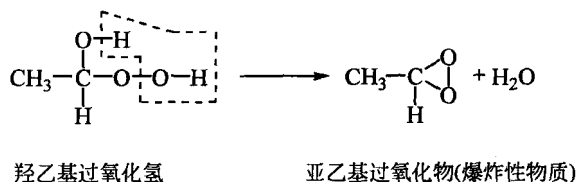
在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有两种情况:

(1) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞

时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当也可引起爆炸,如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生应注意:使用易燃易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查反应装置是否被堵塞。如发现堵塞应停止加热或反应,排除后再继续进行。减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。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。尤其是乙醚,因为乙醚长时间与空气接触可以形成羟乙基过氧化氢,羟乙基过氧化氢失去一分子水转变成亚乙基过氧化物,这是具有猛烈爆炸性的物质。这种过氧化物的沸点比乙醚高。因此,爆炸往往发生在蒸馏的后期,将乙醚蒸馏到原来体积的1/10时,就存在着爆炸的危险。在使用乙醚时,即便不需要完全蒸干,也应检查一下是否有过氧化物存在。



3) 防止中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到:称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是毒品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行或加气体吸收装置,并戴好防护用品。尽可能避免蒸气外逸,以防造成污染。一旦发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送往医院。毒品应由专人保管。

4) 防止灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜,一旦发生灼伤时可以在伤口处涂抹凡士林或烫伤膏。

如果发生化学灼伤根据情况做相应处理:

(1) 被酸或碱灼伤先用大量的水冲洗,如果被酸灼伤用1%的碳酸氢钠溶液,如果被碱灼伤用1%的硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(2) 被溴灼伤应立即用大量的水冲洗,再用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

以上这些物质一旦溅入眼睛中,应立即用冲眼器冲洗15min左右,并及时去医院治疗。

5) 防止割伤

有机化学实验主要使用玻璃仪器。使用时,最基本的原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,如图 1-1 中(a)和(c)所示。图 1-1 中(b)和(d)的操作是不正确的。尤其是插入温度计时,要特别小心。

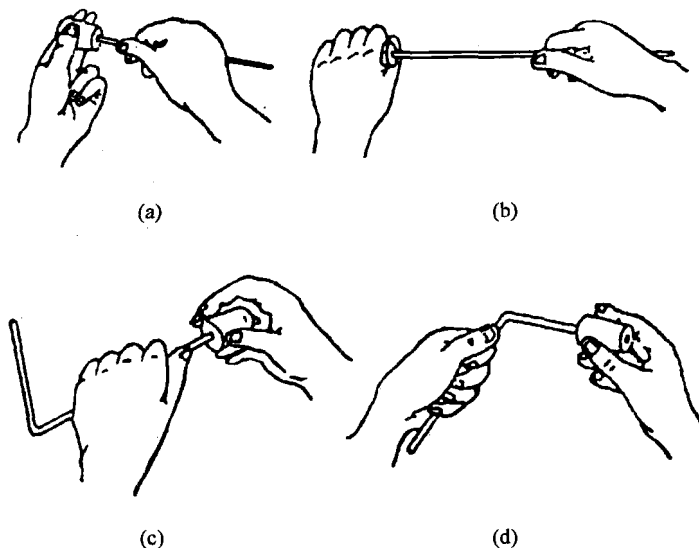


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

新切断的玻璃管断口处特别锋利,使用时,要将断口处用火烧至熔化,使其成圆滑状。发生割伤后,应将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包好伤口。若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血。具体方法是:在伤口上方约 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送往医院。

实验室应备有急救药品,如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1%~2%的乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、龙胆紫、凡士林等。还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

6) 安全用电

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置在何处,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。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再拔插头。

1.1.3 实验报告的书写方法

有机化学实验课是一门综合性较强的理论联系实际的课程。它是培养学生独立工作能力的重要环节。完成一份正确、完整的实验报告,也是一个很好的训练过程。在基础教学实验中有有机化学实验报告有规定的格式。

实验报告分 3 部分:实验预习、实验记录及实验报告。

1) 实验预习

实验预习的内容包括:

- (1) 写出实验要达到的主要目的。
- (2) 用反应式写出主反应及副反应,并写出反应机理,简单叙述操作原理。
- (3) 画出反应及产品纯化过程的流程图。
- (4) 按实验报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。
- (5) 画出主要反应装置图,并标明仪器名称。
- (6) 写出操作步骤。

预习时,应想清楚每一步操作的目的是什么,为什么这么做,要弄清楚本次实验的关键步骤和难点,实验中有哪些安全问题。预习是做好实验的关键,只有预习好了,实验时才能做得又快又好。

2) 实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料,实验记录可以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。作为一位科学工作者,必须对实验的全过程进行仔细观察。如反应液颜色的变化,有无沉淀及气体出现,固体的溶解情况,以及加热温度和加热后反应的变化等,都应认真、如实记录。同时还应记录加入原料的颜色和加入的量、产品的颜色和产品的量、产品的熔点或沸点等物理常数。记录时,要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要,条理清楚。记录直接写在报告上。不要随便记在一张纸上,课后抄在报告上。

3) 实验报告

这部分工作在课后完成。内容包括:

- (1) 对实验现象逐一作出正确的解释。能用反应式表示的尽量用反应式表示。
- (2) 计算产率。在计算理论产量时,应注意:①有多种原料参加反应时,以摩尔数最小的那种原料的量为准;②不能用催化剂或引发剂的量来计算;③有异构体存在时,以各种异构体理论产量之和进行计算,实际产量也是形成的异构体实际产量之和。计算公式如下:

$$\text{产率} = \text{实际产量} / \text{理论产量} \times 100\%$$

(3) 填写物理常数测试表。分别填上产物的文献值和实测值,并注明测试条件,如温度、压力等。

(4) 对实验过程或结果进行讨论与总结。这部分给了学生一个自由发挥的空间,学生可以根据实验中的问题和体会展开,通过讨论来总结、提高和巩固实验中所学到的理论知识和实验操作技能。

一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验理解的程度、综合解决问题的能力以及文字表达的能力。

下面以乙酸正丁酯的合成为例说明实验报告的具体写法。

乙酸正丁酯的合成

1. 实验目的

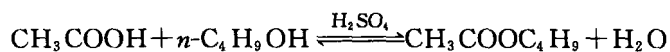
- (1) 了解缩合和酯化反应的原理及合成方法。
- (2) 学习洗涤、萃取原理及操作(分液漏斗的使用)。

6 基础有机化学实验

- (3) 学习干燥原理及操作。
 (4) 熟练掌握分水器的使用方法及作用。

2. 反应原理

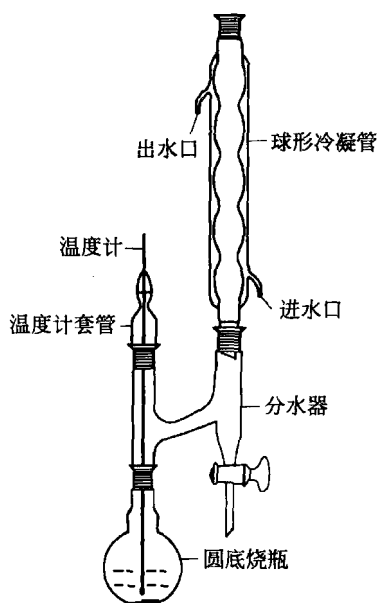
缩合反应是两个以上有机分子间或分子内反应,放出水、氨、氯化氢等简单小分子而得到较大分子的反应。酯化反应是缩合反应的特例。本反应由正丁醇和冰乙酸在硫酸催化下生成乙酸正丁酯和水:



3. 主要原料和产物的物理化学性质

名称	相对分子质量	折射率 n_D^{20}	相对密度 D_4^{20}	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	溶解度 /(g/100mL)			投料量	摩尔数	理论产量/g
						水	醇	醚			
正丁醇	74.12	1.3993	0.8098	117.25	-89.53	溶	溶	溶	4.1g (或 5mL)	0.054	
冰乙酸	60.5	1.3716	1.0492	117.9	16.5	溶	溶	溶	3.7g (或 3.5mL)	0.061	
乙酸正丁酯	116.16	1.3941	0.8825	124~126	-77.9	微	溶	溶			6.27

4. 主要反应装置图



5. 产品纯化过程流程图

